



**4,4'- DİAMİT SUBSTİTUE 2,2'- BİPİRİDİN
TÜREVLERİNİN SENTEZİ VE GEÇİŞ METAL
KOMPLEKSLERİ**

Hussein Abbas Khorshed AL CHURAK

**2021
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA**

**Tez Danışmanı
Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILMAZ**

**4,4'- DİAMİT SUBSTİTUE 2,2'- BİPİRİDİN TÜREVLERİNİN SENTEZİ VE
GEÇİŞ METAL KOMPLEKSLERİ**

Hussein Abbas Khorsheed AL CHURAK

**T.C.
Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalında
Yüksek Lisans Tezi
Olarak Hazırlanmıştır**

**Tez Danışmanı
Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILMAZ**

**KARABÜK
Ocak 2021**

Hussein Abbas Khorsheed ALCHURAK tarafından hazırlanan “4,4'- DİAMİT SUBSTITUE 2,2'- BİPİRİDİN TÜREVLERİNİN SENTEZİ VE GEÇİŞ METAL KOMPLEKSLERİ” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILMAZ

.....

Tez Danışmanı, Kimya Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Kimya Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 20/01/2021

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)

İmzası

Başkan : Prof. Dr. Abdurrahman ŞENGÜL (BEÜ)

.....

Üye : Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILMAZ (KBÜ)

.....

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Yasemin TÜMER (KBÜ)

.....

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Hasan SOLMAZ

.....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”

Hussein Abbas Khorsheed AL CHURAK

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

4,4'- DİAMİT SUBSTİTUE 2,2'- BİPİRİDİN TÜREVLERİNİN SENTEZİ VE GEÇİŞ METAL KOMPLEKSLERİ

Hussein Abbas Khorsheed AL CHURAK

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILMAZ

Ocak 2016, 73 sayfa

Bu çalışmada, çok-dişli diamit fonksiyonel grupları içeren yeni iki adet 2,2'-bipiridin türevi ligant sentezlenmiş ve bu ligantların kobalt(II), bakır(II) ve nikel(II) geçiş metal iyonlarıyla koordinasyon bileşikleri hazırlanmıştır. Ligand sentezine 4,4'-dimetil-2,2'-bipiridin başlangıç maddesinden yola çıkarak, önce oksidasyon ile asit daha sonra tiyonil klörür ile asitklörür türevine çevrildikten sonra, 2-aminometilpiridin ve 2-aminometilpiperidin aminleri ile reaksiyon sonucu L¹ ve L² diamit ligandları elde edilmiştir. Ligandların ve kompleks bileşiklerin yapıları, elementel analiz, NMR, FTIR, UV-Vis, kütle ve TG-DTA teknikleri kullanılarak aydınlatılmaya çalışılmıştır.

Anahtar Sözcükler : Bipiridin, amit ligant, metal kompleksi, bakır, kobalt, nikel.

Bilim Kodu : 20103

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

SYNTHESIS OF 4,4'-DIAMIDE SUBSTITUTED 2,2'-BIPYRIDINE DERIVATIVES AND THEIR TRANSITION METAL COMPLEXES

Hussein Abbas Khorsheed ALCHURAK

Karabük University
Institute of Graduate Programs
Department of Chemistry

Thesis Advisor:
Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILMAZ
January 2021, 73 pages

In this study, two new multidentate ligands based on the 2,2'-bipyridine derivatives incorporating diamide functional groups were synthesized and their corresponding transition metal complexes with cobalt(II), copper(II) and nickel(II) were prepared. The ligands were synthesized by oxidizing of the precursor compound of 4,4'-dimethyl-2,2'-bipyridine to the acid derivatives which was subsequently converted into the acidchloride derivatives with thonylchloride, then following treatment with the amines, 2-aminomethylpyridine or 2-aminomethylpiperidine afforded the diamide-functionalised ligands L^1 and L^2 , respectively. The structure of the ligands and the transition metal complexes was confirmed by elemental analysis, NMR, FTIR, UV-Vis, mass and TG-DTA techniques.

Key Word : Bipyridine, amide ligand, metal complex, copper, cobalt, nickel.

Science Code : 20103

TEŞEKKÜR

Çalışmamın planlanması ve yürütülmesi süresince benden yardımını, bilgi birikimini ve tecrübesini esirgemeyen, bana sabır gösterip moral ve destek veren, büyük katkısı olan, danışman hocam sayın Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILMAZ'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ders alma ve çalışmalarım süresince yardım ve desteklerinden dolayı Kimya Bölüm Başkanlığına, Kimya Bölümü hocalarına ve bütün çalışanlarına teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmalarımın sağlıklı yürütülebilmesi için bana imkân ve uygun atmosferi sağlayan Karabük Üniversitesi Fen Fakültesi'ne teşekkürümü bir borç bilirim.

Eğitim hayatım boyunca maddi, manevi her konuda beni destekleyen anneme, babama ve kardeşlerime çok teşekkür ederim.

“Bu çalışma Karabük Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından desteklenmiştir. Proje Numarası: “FYL-2020-2208”

(“This work was supported by Research Fund of the Karabuk University. Project Number: “FYL-2020-2208”)

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL	ii
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xiii
BÖLÜM 1	1
ÇALIŞMANIN AMACI VE ÖNEMİ	1
BÖLÜM 2	2
GENEL BİLGİ	2
2.1. BİPİRİDİN LİGANTLARI VE KOORDİNASYON BİLEŞİKLERİ	2
2.2. AMİT KOMPLEKSLERİ	3
2.3. KOBALT BAKIR VE NİKEL KOMPLEKSLERİ	5
BÖLÜM 3	9
MATERYAL VE METOT	9
3.1. KULLANILAN KİMYASAL MADDELER	9
3.2. KULLANILAN CİHAZLAR	9
BÖLÜM 4	10
ARAŞTIRMA BULGULARI	10
4.1. LİGAND SENTEZLERİ	10
4.1.1. 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit	11
4.1.2. 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarbonil diklorür	11
4.1.3. Bis(piridin-2-ilmetil)-[2,2'-bipiridin]-4,4'-dikarboksamit(L ¹)	11

	<u>Sayfa</u>
4.1.4. Bis(piperidin-2- ilmetil)-[2,2'-bipiridin]-4,4'-dikarboksamit(L ²).....	12
4.2. KOMPLEKS SENTEZLERİ.....	13
4.2.1. L ¹ - Co(II) Kompleksi	13
4.2.2. L ¹ - Cu(II) Kompleksi	15
4.2.3. L ¹ - Ni(II) Kompleksi.....	16
4.2.4. L ² - Co(II) Kompleksi	18
4.2.5. L ² - Cu(II) Kompleksi	19
4.2.6. L ² - Ni(II) Kompleksi.....	21
BÖLÜM 5	23
SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	23
5.1. FTIR SPEKTRUM SONUÇLARI	24
5.2. ¹ H-NMR SONUÇLARI	29
5.3. ¹³ C-NMR SONUÇLARI	30
5.4. ¹³ C-NMR-DEPT SONUÇLARI	30
5.5. KÜTLE SPEKTRUM SONUÇLARI.....	31
5.6. ELEMENTEL ANALİZ SONUÇLARI.....	31
5.7. TERMAL ANALİZ SONUÇLARI.....	31
KAYNAKLAR.....	33
EK AÇIKLAMALAR A.	38
SPEKTRUMLAR.....	38
ÖZGEÇMİŞ	73

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. 2,2'-bipiridin(bpy) numaralandırılması ve benzer N-hetero ligantlar.	2
Şekil 2.2. Amit fonksiyonel grubunun rezonans formları.	4
Şekil 2.3. peptit bağı oluşumunu gösteren reaksiyon mekanizması.	4
Şekil 2.4. Vitamin B12'nin kimyasal yapısı [15].	5
Şekil 2.5. Bis(amidopiridin) ligandı ile oluşturulmuş kobalt (II) kompleksi.	6
Şekil 2.6. Tripeptit bakır kompleksi.	7
Şekil 2.7. Nikel kompleksi örnekleri.	8
Şekil 4.1. Ligantların Genel Sentez Şeması.	10
Şekil 4.2. L ¹ -Co(II) kompleksinin yapısal gösterimi	13
Şekil 4.3. L ¹ -Co(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.	14
Şekil 4.4. L ¹ -Cu(II) kompleksinin yapısal gösterimi	15
Şekil 4.5. L ¹ -Cu(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.	15
Şekil 4.6. L ¹ -Ni(II) kompleksinin yapısal gösterimi	16
Şekil 4.7. L ¹ -Ni(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.	17
Şekil 4.8. L ² -Co(II) kompleksinin yapısal gösterimi	18
Şekil 4.9. L ² -Co(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.	18
Şekil 4.10. L ² -Cu(II) kompleksinin yapısal gösterimi	19
Şekil 4.11. L ² -Cu(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.	20
Şekil 4.12. L ² -Ni(II) kompleksinin yapısal gösterimi	21
Şekil 4.13. L ² -Ni(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.	21
Şekil. 5.1. Asitklorürlerden amit oluşum mekanizması.	23
Şekil 5.2. L ¹ ve L ² ligantlarının FT-IR spektrumları.	24
Şekil 5.3. L ¹ ve L ¹ -Co kompleksi FT-IR spektrumu.	26
Şekil 5.4. L ¹ ve L ¹ -Cu kompleksi FT-IR spektrumu.	26
Şekil 5.5. L ¹ ve L ¹ -Ni kompleksi FT-IR spektrumu	27
Şekil 5.6. L ² ve L ² -Co kompleksi FT-IR spektrumu.	27
Şekil 5.7. L ² ve L ² -Cu kompleksi FT-IR spektrumu.	28
Şekil 5.8. L ² ve L ² -Ni kompleksi FT-IR spektrumu	28

Sayfa

Şekil 5.9. L ¹ ve L ² ligandının belirlenen ¹ H-NMR pikleri.	29
Şekil 5.10. L ¹ ve L ² ligandının C-NMR pikleri.	30
Şekil Ek.A.1 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit FTIR spektrumu.	39
Şekil Ek.A.2 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarbonil diklorür FTIR spektrumu.	40
Şekil Ek.A.3 L ¹ FTIR Spektrumu.	41
Şekil Ek.A.4 L ² FTIR Spektrumu.	42
Şekil Ek.A.5 L ¹ - Co(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.	43
Şekil Ek.A.6 L ¹ - Cu(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.	44
Şekil Ek.A.7 L ¹ - Ni(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.	45
Şekil Ek.A.8 L ² - Co(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.	46
Şekil Ek.A.9 L ² - Cu(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.	47
Şekil Ek.A.10 L ² - Ni(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.	48
Şekil Ek.A.11 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit ¹ H-NMR spektrumu.....	49
Şekil Ek.A.12 L1 ligantının ¹ H-NMR spektrumu.	50
Şekil Ek.A.13 L2 ligantının ¹ H-NMR spektrumu.	51
Şekil Ek.A.14 L ¹ ligantının ¹³ C-NMR spektrumu.....	52
Şekil Ek.A.15 L2 ligantının ¹³ C-NMR spektrumu.....	53
Şekil Ek.A.16 L ¹ ligantının ¹³ C-NMR DEPT spektrumu.	54
Şekil Ek.A.17 L ² ligantının ¹³ C-NMR DEPT spektrumu.	55
Şekil Ek.A.18 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit kütle spektrumu	56
Şekil Ek.A.19 L ¹ kütle (ESI) Spektrumu.	57
Şekil Ek.A.20 L ² kütle (ESI) spektrumu.	58
Şekil Ek.A.21 L1– Co(II) kütle (MALDİ-TOF) spektrumu	59
Şekil Ek.A.22 L ¹ – Cu(II) kütle (MALDİ-TOF) spektrumu.	60
Şekil Ek.A.23 L ¹ – Ni(II) kütle (MALDİ-TOF) spektrumu.....	61
Şekil Ek.A.24 L ² - Co(II) kütle (MALDİ-TOF) spektrumu.....	62
Şekil Ek.A.25 L ² – Cu(II) kütle (MALDİ-TOF) spektrumu.	63
Şekil Ek.A.26 L ² - Ni(II) kütle (MALDİ-TOF) spektrumu.	64
Şekil Ek.A.27 L ¹ Elementel analizi.	65
Şekil Ek.A.28 L ² Elementel analizi.	66
Şekil Ek.A.29 L ¹ - Co(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.	67
Şekil Ek.A.30 L ¹ - Cu(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.	68

Sayfa

Şekil Ek.A.31 L ¹ - Ni(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.	69
Şekil Ek.A.32 L ² - Co(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.	70
Şekil Ek.A.33 L ² - Cu(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.	71
Şekil Ek.A.34 L ² - Ni(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.	72

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 4.1. L ¹ - Co (II) Kompleksi Termal Analizi.....	14
Çizelge 4.2. L ¹ - Cu (II) Kompleksi Termal Analizi.....	16
Çizelge 4.3. L1 - Ni (II) Kompleksi Termal Analizi.....	17
Çizelge 4.4. L ² - Co (II) Kompleksi Termal Analizi.....	19
Çizelge 4.5. L ² - Cu (II) Kompleksi Termal Analizi.....	20
Çizelge 5.1. Ligandların ve komplekslerin seçilmiş FTIR frekans değerleri.....	25
Çizelge 5.2. Komplekslerin belirlenen MALDI-TOF kütle pikleri.	31

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

°C	: santigrat derece
g	: gram
L	: ligand
mL	: mililitre
Cu	: bakır
Co	: kobalt
Ni	: nikel
A	: Absorbans
XM	: Metalin mol kesri
Bpy	: 2,2'-Bipiridin
Py	: Piridin
E.N	: Erime Noktası
NMR	: Nükleer Manyetik Rezonans
FT-IR	: Fourier Transformlu İnfrared Spektrofotometre
ESI MS	: Elektrosprey iyonizasyon kütle spektrometresi
MALDI-TOF MS	: Matris Destekli Lazer Desorpsiyon/İyonizasyon Uçuş Süresi Kütle Spektrometresi
L ¹	: N ⁴ ,N ^{4'} -bis(pyridin-2-ylmethyl)-[2,2'-bipyridine]-4,4'- dicarboxamide
L ²	: N ⁴ ,N ^{4'} -bis(piperidin-2-ylmethyl)-[2,2'-bipyridine]-4,4'- dicarboxamide

BÖLÜM 1

ÇALIŞMANIN AMACI VE ÖNEMİ

2,2'-bipiridin (bpy) ve türevleri, geçiş metalleri ile güçlü koordinasyon bileşikleri yapmaları ve geniş kullanım alanlarına sahip olmalarından dolayı, koordinasyon kimyasında çok önemli ligand sistemini oluştururlar. Bpy türevlerinin şelat yapıcı ligandları olmaları sebebiyle çok kararlı kompleks bileşikler verirler.

Amit fonksiyonel gruplu bileşikler ise, organizmaların ana bileşenlerinden biri olup, geçiş metal iyonları ile güçlü bağlar yapabilme yeteneğine sahiptirler. Amitler, polar çözücülerde iyi çözünen ve erime-kaynama noktaları yüksek olan bileşiklerdir. Ayrıca bu bileşiklerin ilaç sanayide kullanım alanı oldukça geniştir. Amit grubu içeren bir çok ilaç yaygın olarak kullanılmaktadır.

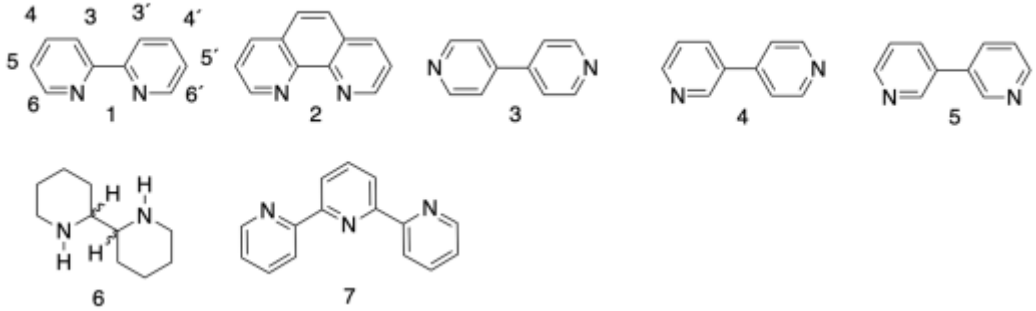
Hem bpy hem de amit grubu taşıyan çok-dişli yeni ligantların sentezi ve koordinasyon bileşiklerinin hazırlanması ve yapılarının belirlenmesi koordinasyon kimyası, ilaç tasarımı ve biyokimya, kristal mühendisliği vb. alanlarda çok ilgi çekici olduğundan oldukça önemli görünmektedir.

BÖLÜM 2

GENEL BİLGİ

2.1. BİPİRİDİN LİGANTLARI VE KOORDİNASYON BİLEŞİKLERİ

2,2'-bipiridin içeren koordinasyon bileşikleri, metal iyonlarının kompleksleşmesinin termodinamiği ve kinetiği, metal komplekslerinin bağlanması, fotokimyası, foto fiziği ve elektrokimyası konusundaki bilgilerimizi geliştirmede önemli roller oynamıştır. İki dişli metal bağlayıcı olan ve şekil 2.1.1'de numaralandırılması gösterilen bpy, ayrıca supramoleküler ve metalosupramoleküler kimyada önemli bir yapı olarak yaygın bir uygulamaya sahiptir. 2,2'-bipiridin en yaygın koordinasyon modu, her iki azot atomunun aynı metal merkeze bağlandığı bir kenetleyici iki dişli ligandır. Daha az yaygın olanı, bpy ligandının tek dişli olduğu veya çok sayıda metal merkezini köprülediği komplekslerdir [1].



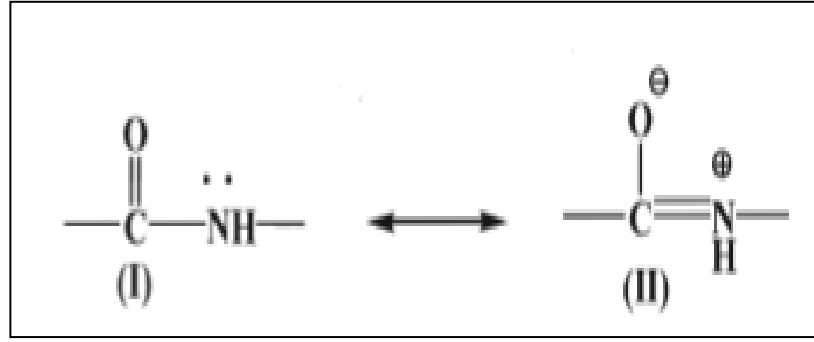
Şekil 2.1. 2,2'-bipiridin(bpy) numaralandırılması ve benzer N-hetero ligantlar.

2,2'-bipiridin, 1,10-fenantrolin ve 2,2':6',2''-terpiridin'den türetilen N-heterosiklik ligantların metal kompleksleri, yaygın olarak kullanılan ışık yayıcılarıdır. Bu bileşiklerin optik özellikleri, substitüentlerinin, protonunun ve ayrıca metal kompleksinin doğasını değiştirerek kolayca ayarlanabilir [2]. 4,4'-dimetil-2,2'-

bipiridin ve 5,5'-dimetil-2,2'-bipiridin ligantlarının vanadyum(IV) komplekslerinin sitotoksitesi çalışılmış ve NN ligandlarına metil grubunun sokulmasının, ilgili kompleksin sitotoksitesini daha da artırdığını göstermiştir [3]. Bipiridin moleküllerinin türevleri ve bunlara karşılık gelen metal kompleksleri, supramoleküler, inorganik, analitik ve polimer kimyada özel ilgiye sahiptir. Uzun yıllardan beri, bipiridin ve türevlerinin metal komplekslerinin kompleks oluşturma yetenekleri ve fiziksel özellikleri ile ilgili çok sayıda makale yayınlandı. Supramoleküler kimyada, bipiridin ve türevlerinin komplekslerinin, kendi kendini organize eden mimarilerin(self-assembly) yapıları açıklanmaya çalışıldı. Ayrıca bipiridinlerin ATRP polimerizasyon için kullanılması da ilgi çekicidir [4].

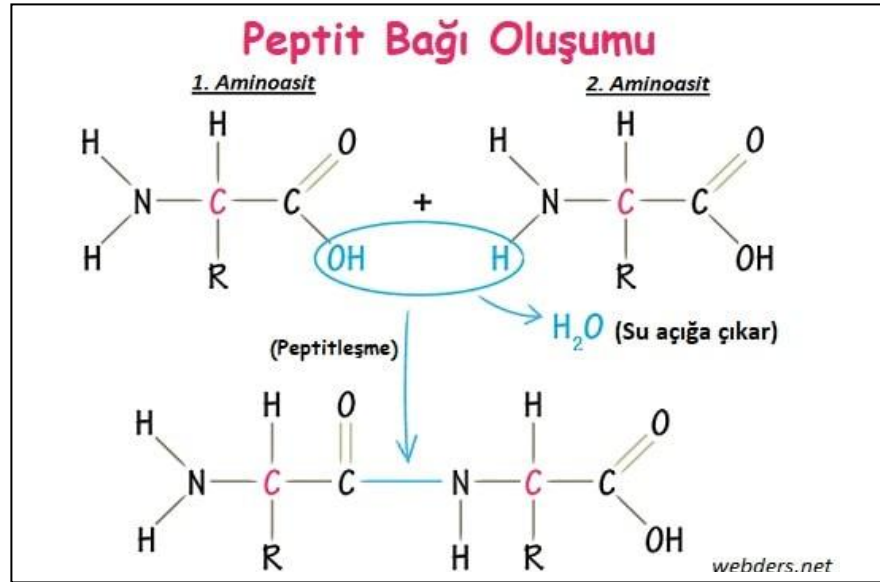
2.2. AMİT KOMPLEKSLERİ

Amitler kimyasal disiplinler için önemli bir molekül sınıfıdır. Proteinler ve polipeptitler gibi doğal ve naylon gibi sentetik makromoleküllerde anahtar bağlantılar oluştururlar. Amit işlevselliğini içeren moleküller, çeşitli uygulamalarda potansiyel olarak yararlıdır [5]. Amitler, bir karboksilik asidin bir aminle reaksiyonu yoluyla oluşturulur. Nötr amid yapısının iki rezonans formu vardır, Karbon-azot bağının %40 çift bağ karakteri nedeniyle, bu bağın etrafındaki dönme sınırlandırılır ve trans formu kuvvetle tercih edilir. Şekil 2.2.1' de gösterildiği üzere, C-N ve C-O bağları, karşılaştırılabilir miktarda tek ve çift bağ karakterine sahiptir [6]. Peptid bağı [-C(O)NH-] grubunun temel birimi, proteinlerin birincil yapısının bir parçası olmuştur ve biyolojik sistemlerde çok önemlidir. Bu bağı içeren piridinkarboksamidler, geçiş metal tuzlarına karşı çok dişli bir ligand görevi görür [7]. Amit fonksiyonel gruplu bileşikler, antimikrobiyel, antibakteriyel, antihistaminik özelliklere sahiptir [8]. Örneğin 2-aminobenzamidin-Cu(II) komplekslerinin, antibakteriyel aktiviteleri çalışılmıştır [9].



Şekil 2.2. Amit fonksiyonel grubunun rezonans formları.

Proteinlerin temel taşı olan aminoasitlerdeki bir peptit bağı, şekil 2.2.2’de gösterildiği gibi, bir aminoasitin karboksil grubu ile diğer aminoasitin amino grubu arasında oluşmaktadır. Bağ oluşumu sırasında su açığa çıkmakta, yani dehidrasyon gerçekleşmektedir. N tane aminoasitin bir araya geldiği bir protein sentezinde n-1 adet peptit bağı oluşur. Bağlanan aminoasitlerin türü ve sıralaması proteinin özelliğini belirlemektedir [10].



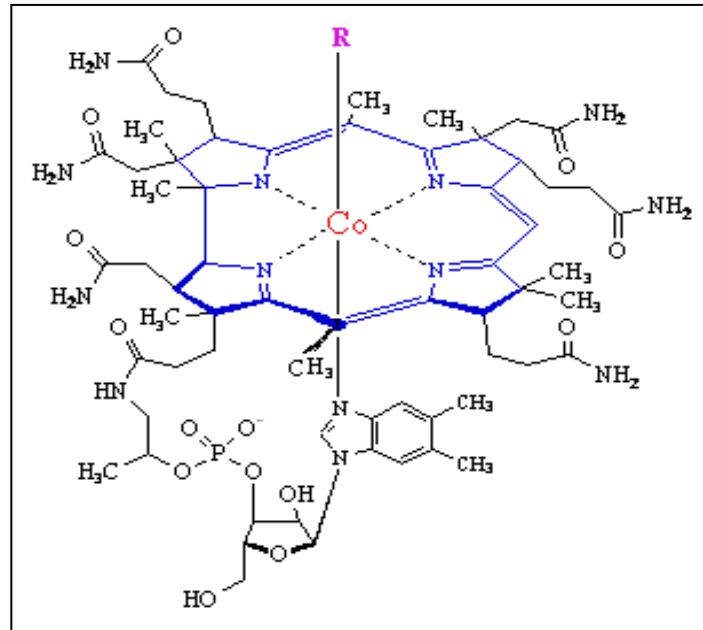
Şekil 2.3. peptit bağı oluşumunu gösteren reaksiyon mekanizması.

Amitler, organik sentezde ve farmasötik kimyada önemli kimyasallardır ve tarımsal kimyasallarda, farmasötiklerde ve polimerik malzemelerde önemli roller oynarlar.

Bu nedenle amitlerin sentezi, modern sentetik kimyadaki gündemdeki konulardan biridir. Sadece akademik arařtırmalardan deęil aynı zamanda endüstriyel uygulamalardan da büyük ilgi görmüřtür. Őimdiye kadar, onları sentezlemek için birçok sentetik yöntem uygulanmıřtır. Geleneksel olarak, karboksilik asitlerin veya bunların türevlerinin (asit anhidritler ve asit halojenürler vb.) aminlerle reaksiyonları, amitlerin sentezi için uygulanır [11].

2.3. KOBALT BAKIR VE NİKEL KOMPLEKSLERİ

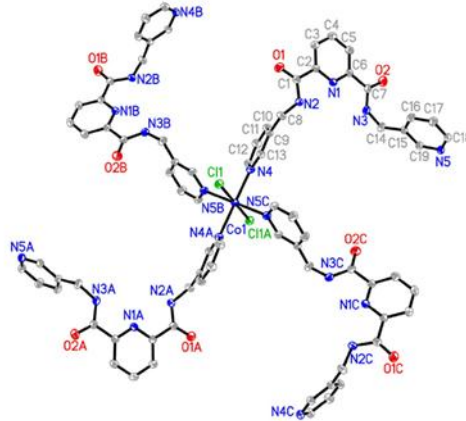
Bir d^7 iyonu olan Co(II) kompleksleri dört, beř veya altı koordinasyonlu kompleksler oluşturabilir. Bu kompleksler paramanyetik ve labil özellięe sahiptir [12]. Co(II) kompleksleri biyolojik alanında önemli uygulamalara sahiptir [13]. Ayrıca kobalt, B₁₂ vitamininin (Őekil 2.3.1) fonksiyonel bir parçasıdır. Vitamin B₁₂'nin farklı formları; hayvansal gıdalarda, karacięer ve böbrekte fazlaca bulunurken, et ve süt ürünlerinde daha az miktarlarda mevcuttur [14].



Őekil 2.4.Vitamin B12'nin kimyasal yapısı [15].

Kobalt (III) kompleksleri güçlü antiviral, antibakteriyel ve antitümör ajanlardır [16]. Kobalt, kırmızı kan hücrelerinin üretimini uyardığı için, anemi tedavisinde kullanılır

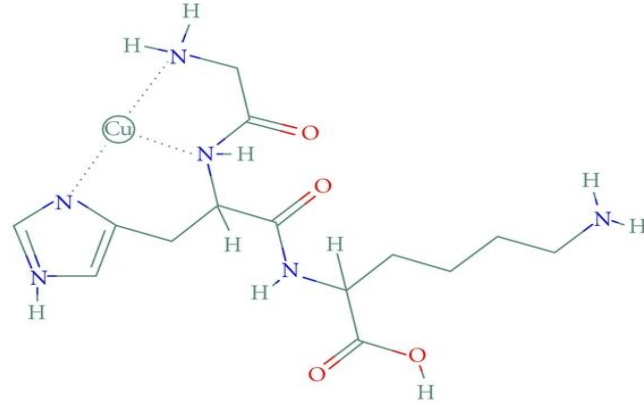
[17]. Son yıllarda, esnek konformasyonları ve koordinasyon bağları ve hidrojen yoluyla mükemmel kendi kendine montajları sayesinde, simetrik ve simetrik olmayan piridin karboksamid köprü ligandları, metal içeren makrosiklikler ve ilgi çekici metal organik çerçevelerin (MOF'ler) çalışılmaktadır. Özellikle benzen-1,2-diamin, piridin-2,6-diamin ve piridin-2,6-dikarboksilik aside dayalı U şeklindeki simetrik bis (amidopiridin) ligandlarının koordinasyon kimyası, sistematik olarak araştırıldı. Sonuçlar, metal düğümler, sıcaklık, çözücü sistemleri, ikincil ligandlar ve karşı anyonlar vb. gibi diğer parametrelerin neden olduğu ligandların allosterik etkileşimlerinin, metal-organik yapıların özellikleri ve mimarileri üzerinde önemli bir rol oynadığını göstermektedir. Bu çalışmada şekil 2.3.2 de gösterilen U şekilli bis(amidopiridin) ligandı ile oluşturulmuş kobalt (II) kompleksi ve 2D gözenekli polimer yapısı rapor edilmiştir [18].



Şekil 2.5. Bis(amidopiridin) ligandı ile oluşturulmuş kobalt (II) kompleksi.

Bakır (II) komplekslerinin farklı geometrilere, manyetik ve spektroskopik özelliklere sahip çeşitli koordinasyon bileşikleri oluşturması, büyük ölçüde onun d^9 iyonu olmasına bağlıdır. Bakır (II) tek çekirdekli, iki çekirdekli veya polinükleer birçok farklı yapıda bulunabilir [19]. Amit bazlı ligandların bakır (II) komplekslerinin, HIV-1 proteaz inhibisyon aktivitesine sahip olduğu bulunmuştur [20]. Pek çok bakır(II) kompleksi, antikanser, anti-inflamatuar veya antimikrobiyal ajanlar olarak kabul edilmiştir [21]. Bakır (II) komplekslerinin moleküler oksijenin taşınması, depolanması ve aktivasyonu gibi doğal olarak oluşan biyolojik sistemlerde veya

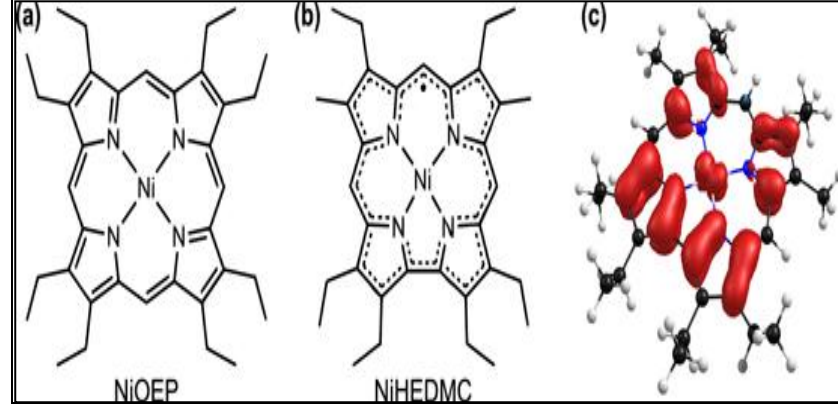
farmakolojik ajanlar olarak önemli bir rol oynadığı da bilinmektedir [22]. Bakır kompleksleri aynı zamanda en güçlü antiviral, antitumor, antimikrobiyal ve antiinflamatuvar ajanlar arasındadır [23]. Bakır bazlı ilaçların kullanmanın bir avantajı da, ek bir anti-tümör etki mekanizması sağlayabilen radyoaktif izotopların kullanılma olasılığıdır [24]. Bakır, birçok biyolojik süreç ve sistem için temel bir eser elementtir [25]. Seçici ve hassas algılama için bakır (II) iyon sensörlerini tasarlanmaktadır. Bakır(II)-kinolin bileşikler, floresan kemosensör geliştirilmesi için çalışılmıştır [26]. Bakır (II) kompleksleri geniş bir biyolojik aktivite yelpazesine sahiptir ve en güçlü antiviral, anti-tümör ve antiinflamatuvar ajanlar arasındadır [27]. Ayrıca bakır (II) komplekslerinin biyolojik sistemlerde farmakolojik ajanlar olarak önemli bir rol oynadığı bilinmektedir [28]. Şekil 2.3.3'de gösterilen bir tripeptit bakır kompleksi, tripeptitin bakır (II) için güçlü bir afiniteye sahip olduğunu göstermektedir. Bu tripeptit ilk olarak insan plazmasından izole edilmiştir, tükürük ve idrarda da bulunabilir [29].



Şekil 2.6. Tripeptit bakır kompleksi.

Nikel (II) kompleksleri kare düzlem, dört yüzlü, üçgen çiftpiramit ve oktahedral geometrilere bulunabilir. Fakat en yaygın geometriler kare düzlem ve oktahedraldir. Farklı ligandlara sahip her nikel (II) kompleksi, farklı kimyasal ve fiziksel özelliklere sahip olduğundan, araştırmalar hem ilginçtir hem de zorluklara sahiptir [30]. Azot ve kükürt donör ligandların Nikel (II) kompleksleri, hidrojenaz ve dehidrojenaz etkilerinden dolayı çok ilgi çekicidir [31]. Nikel içeren veya nikel bağımlı

enzimlerin belirlenmesi nedeniyle Nikel kompleksleri önem kazanmıştır. Ayrıca antitümör antibiyotik biyolojik aktif özellikli birçok Ni(II) kompleksleri rapor edilmiştir [32]. Şekil 2.5.1 'de gösterilen NiOEP ve NiHEDMC komplekslerindeki Ni iyonları, aynı oksidasyona sahiptir ve düşük spinli bir d^8 elektron konfigürasyonunda, iki değerlikli bir katyon olarak davranır [33].



Şekil 2.7. Nikel kompleksi örnekleri

2,2'-bipiridin (bpy), 1,10-fenantrolin (phen) veya bunların türevlerinin nikel kompleksinin çeşitli terapötik uygulamalarda etkili olduğu bildirilmiştir. Biyoinorganik ve DNA çalışmalarında nikel komplekslerinin uygulamaları vardır [34]. Nikel, mikrobiyal enzimlere (üreaz, hidrojenaz, asetil koenzim A dekarbonilaz / sentetaz, dehidrojenaz, metilCoM redüktaz, süperoksit dismutaz) dahil edildiği birçok mikroorganizmada önemli bir rol oynar. Örneğin, Ni(II) 'nin tiosemikarbazonlarla koordinasyon bileşikleri, Penicillium viride fungal pektolitik enzimlerinin biyosentezini% 13–58 oranında artırabilir [35].

BÖLÜM 3

MATERYAL VE METOT

3.1. KULLANILAN KİMYASAL MADDELER

4,4'-dimetil-2,2'-bipiridin, piridin-2-ilmetanamin (ACROS); tiyonyil klorür, H₂SO₄, diklorometan, metanol, etanol, bakır(II)-acetate, kobalt(II)-acetate(MERCK); petrol eteri, K₂Cr₂O₇ (Riedel-de Haen), nikel(II)-acetate , piperidin-2-ilmetanamin, benzen (ALDRICH); NaOH (CARLO ERBA) kullanıldı.

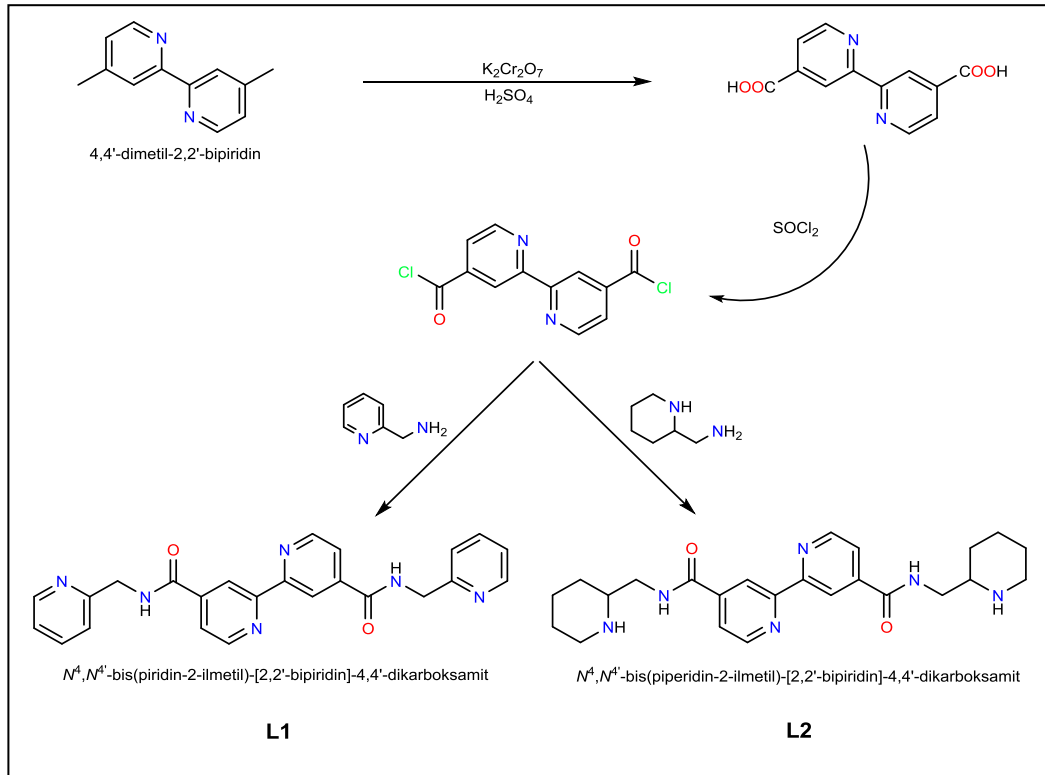
3.2. KULLANILAN CİHAZLAR

- **FTIR:** Bruker Alpha, Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü.
- **FTIR 2:** Thermo Scientific, Karabük Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü.
- **UV-VIS :** Genesys 10S, Karabük Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü.
- **Elementel analiz (C,H,N,S) :** LECO / TRUESPEC MICRO, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı (MERLAB).
- **NMR:** Agilent (600 MHz), Çankırı Karatekin Üniversitesi NMR Lab.
- **Kütle:** Thermo Scientific TSQ Quantum Access MAX, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı (MERLAB).
- **Kütle 2:** MALDI-MS (Bruker microflex LT MALDI-TOF MS), Gebze Teknik Üniversitesi Temel Bilimler Fakültesi Kimya Bölümü

BÖLÜM 4

ARAŞTIRMA BULGULARI

4.1. LİGAND SENTEZLERİ



Şekil 4.1. Ligantların Genel Sentez Şeması.

Ligant sentezleri literatür yöntemleri [36,37]. modifiye edilerek yapıldı. 4,4'-dimetil-2,2'-bipiridin (5 g, 27 mmol), 125 mL derişik H_2SO_4 içinde 70 °C'de çözüldü. 24 g (82 mmol) $K_2Cr_2O_7$ yavaş yavaş ilave edildi, koyu yeşil çözeltili oluştu. 5 saat karıştırılan karışım 800 mL su-buz içine döküldü. Açık sarı çökelti, vakum filtrasyonla süzöldü ve bol su ile yıkandı. Elde edilen katı, %50'lik 150 mL HNO_3 çözeltilisine ilave edildi ve 4 saat kaynatıldı. Karışım tekrar 800 mL su-buz içine döküldü. Oluşan beyaz çökelek vakum filtrasyonuyla ayrıldı ve bol su ile

yıkandıktan sonra, açık havada kurutuldu. Elde edilen 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit (2 g, 8,2 mmol), 20 mL SOCl₂ ve 10 mL benzen karışımında 24 saat kaynatıldı. SOCl₂'ün fazlası tamamen uçurulduktan sonra reaksiyon karışımı petrol eteri ile yıkandı ve kurutuldu. Daha sonra asitklorür (1 g, 3,6 mmol) 40 mL diklorometanda çözüldü, 20 mL diklorometanda çözülmüş amin (7,2 mmol), 0°C'de yavaş yavaş ilave edildikten sonra 20 mL 0,5M NaOH çözeltisi eklendi. Oluşan karışım, 0°C'de 5 saat ve oda sıcaklığında 19 saat karıştırıldı. Oluşan beyaz çökelek süzülerek ayrıldı, bol su ile yıkandı. Kuruduktan sonra metanolde kristallendirildi.

4.1.1. 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit

Verim: % 85 (5,6 g)

E.n. 320 °C

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3743, 3111, 2358, 1868, **1709**, 1603, 1561, 1457, 1365, 1268, 1235, 1194, 1139, 1067, 1016, 913, 866, 820, 764, 720, 680.

¹H NMR (600 MHz, DMSO-*d*₆) δ 13,77 (s, 1H, COOH), 8,90 (d, J = 4.9 Hz, 1H, bpy6,6'), 8,83 (s, 1H, bpy3,3'), 7,90 (d, J = 4.5 Hz, 1H, bpy5,5').

Kütle(m/z): 245,4 (teorik 244,0).

4.1.2. 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarbonil diklorür

Verim: % 87 (2 g)

E.n. 358°C

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3065, **1750**, 1584, 1549, 1449, 1354, 1245, 1192, 1063, 903, 855, 734, 699, 670.

4.1.3. Bis(piridin-2-ilmetil)-[2,2'-bipiridin]-4,4'-dikarboksamit(L¹)

Verim %88 (1,3 g)

E.n. 230°C

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): **3298**, 3060, 2933, **1637**, 1590, 1570, 1537, 1470, 1435, 1419, 1354, 1309, 1250, 1166, 1146, 1101, 1072, 1050, 993, 912, 864, 817, 751, 732, 699, 625, 629, 605, 547, 475, 444, 430, 402.

¹H NMR (600 MHz, DMSO-*d*₆) δ 9,58 (t, *J* = 5,9 Hz, 1H, NH), 8,88 (d, *J* = 7,9 Hz, 2H, bpy3,3' ve py6,6'), 8,52 (d, *J* = 5,1 Hz, 1H, bpy6,6'), 7,92 (d, *J* = 5,1 Hz, 1H, bpy5,5'), 7,76 (t, *J* = 7,8 Hz, 1H, py4,4'), 7,36 (d, *J* = 8,1 Hz, 1H, py3,3'), 7,27 (dd, *J* = 7,6, 4,7 Hz, 1H, py5,5'), 4,62 (d, *J* = 5,9 Hz, 2H, CH₂).

¹³C NMR (151 MHz, DMSO) δ 165,26; 158,67; 156,04, 150,57; 149,37; 143,07; 137,21; 122,65; 122,45; 121,57; 118,79; 45,31.

Kütle(m/z): 425,10 (teorik 424,16).

Hesaplanan C₂₄H₂₀N₆O₂·0,5H₂O (%): C, 66,50; H, 4,88; N, 19,39; Bulunan (%): C, 66,47; H, 4,81; N, 19,17.

4.1.4. Bis(piperidin-2-ilmetil)-[2,2'-bipiridin]-4,4'-dikarboksamit(L²)

Verim %58 (0,9 g)

E.n. 237°C

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3308, 3063, 2930, 2930, 2857, 1641, 1592, 1545, 1409, 1354, 1310, 1243, 1203, 1167, 1139, 1121, 1074, 1052, 1020, 998, 905, 855, 798, 758, 682, 662, 640, 564, 512, 445, 428, 413, 409, 402.

¹H NMR (600 MHz, DMSO-*d*₆) δ 8,87 (t, *J* = 6,4 Hz, 1H, NH), 8,84 (d, *J* = 5,4 Hz, 1H, bpy6,6'), 8,77 (s, 1H, bpy3,3'), 7,84 (d, *J* = 6,2 Hz, 1H, bpy5,5'), 3,26 – 3,23 (m, 1H), 3,20 (dt, *J* = 13,4, 6,6 Hz, 1H), 2,92 (d, *J* = 11,9 Hz, 1H), 2,65 (q, *J* = 7,8 Hz, 1H), 1,71 (d, *J* = 12,0 Hz, 1H), 1,60 (d, *J* = 12,6 Hz, 1H), 1,48 (d, *J* = 10,3 Hz, 1H), 1,27 (q, *J* = 11,4 Hz, 2H), 1,03 (q, *J* = 11,9 Hz, 1H).

¹³C NMR (151 MHz, DMSO) δ 165,26; 155,94; 150,38; 143,43; 122,45; 118,77; 56,20; 46,51; 45,73; 30,55; 26,31; 24,57.

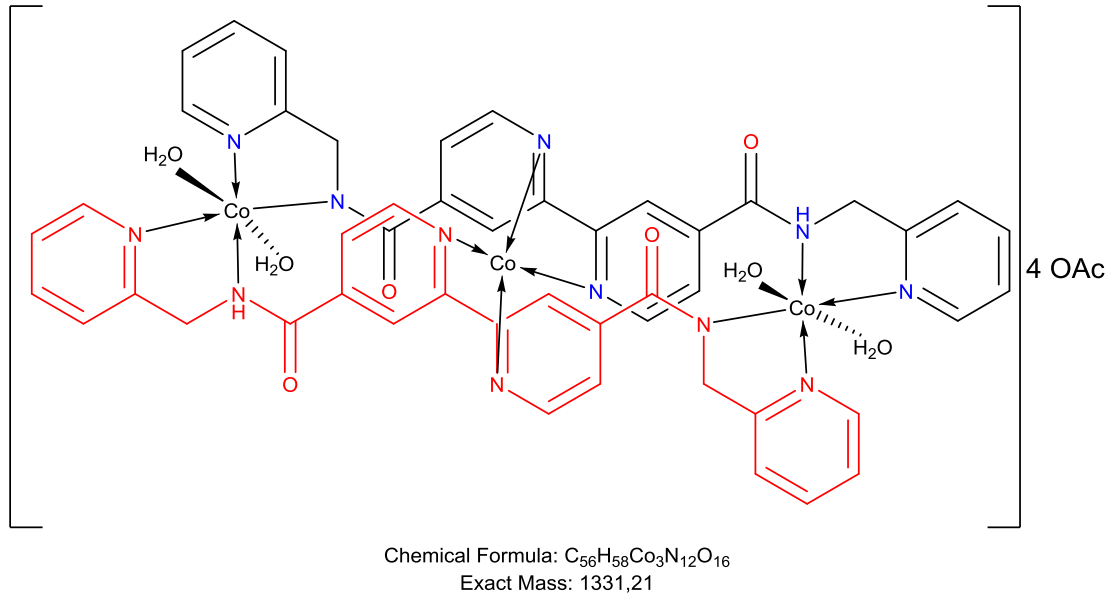
Kütle(m/z): 436,79 (teorik 436,26).

Hesaplanan C₂₄H₃₂N₆O₂·1,5H₂O (%): C, 62,18; H, 7,61; N, 18,13. Bulunan (%): C, 62,49; H, 7,16; N, 17,84.

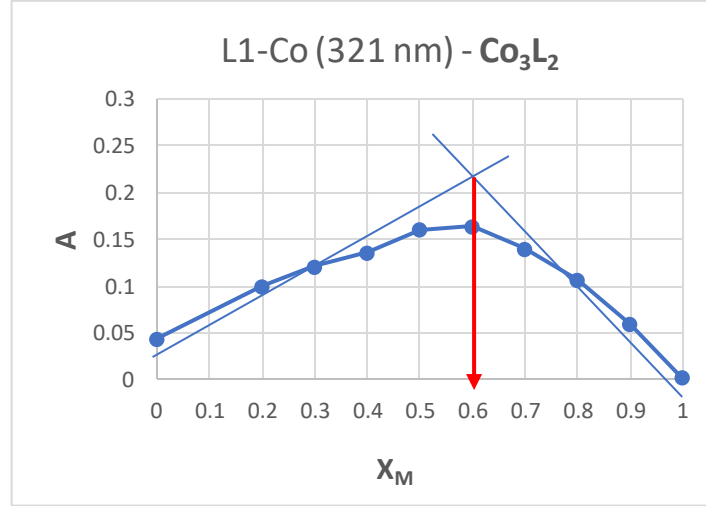
4.2. KOMPLEKS SENTEZLERİ

Tüm kompleksler aynı şekilde sentezlendi. Bir erlen içerisine 30 mL metanolde çözülmüş ligant (1 equiv) ve 20 mL metanolde çözülmüş metal asetat tuzu (Cu^{II} , Co^{II} , Ni^{II}) (1 equiv), oda sıcaklığında yavaş yavaş eklendi. Oluşan renkli çözelti 1 saat karıştırıldı. Metanol evaporatorde tamamen uzaklaştırıldıktan sonra, maddeler 30 mL suda çözüldü, süzülerek kristallenmeye bırakıldı.

4.2.1. L^1 -Co(II) Kompleksi



Şekil 4.2. L^1 -Co(II) kompleksinin yapısal gösterimi



Şekil 4.3. L¹-Co(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.

Renk. Turuncu.

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3227, 3063, 2970, 1656, 1591, 1537, 1477, 1397, 1319, 1281, 1233, 1217, 1151, 1127, 1099, 1046, 1002, 865, 755, 692, 654, 606, 569, 527, 496, 431, 420, 416, 405.

Kütle(m/z):

425,329 L¹, teorik m/z 424,46

446,392 [L¹ + Na]⁺, teorik m/z 446,14

637,364 [Co₂(L¹)(OAc)(H₂O)₂]⁺, teorik m/z 637,06

694,575 [Co(L¹)₃(H₂O)₂(OAc)]⁺, teorik m/z 695,99

907,591 [Co(L¹)₂]⁺, teorik m/z 907,26

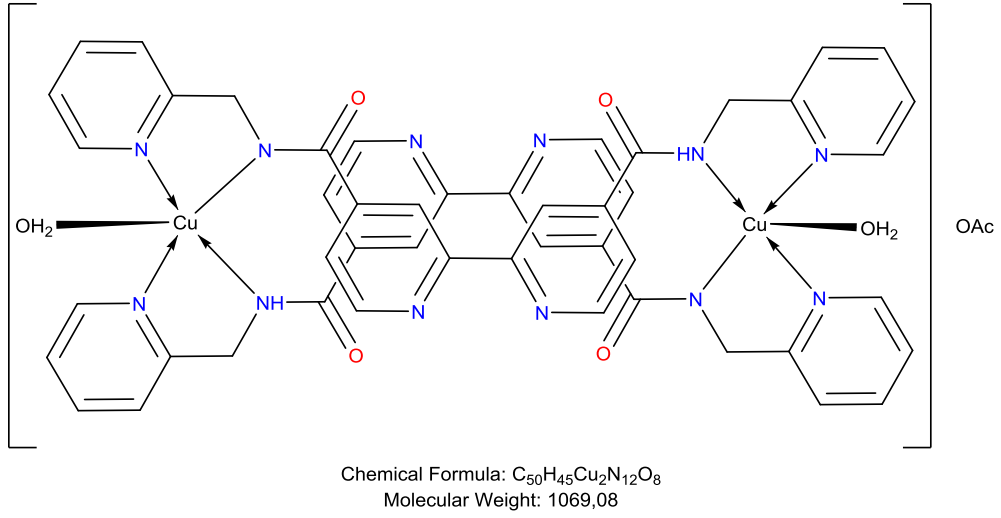
1119,031 [Co₂(L¹)₂(H₂O)₂(OAc)₂], teorik m/z 1120,24

1330,900 [Co₃(L¹)₂(H₂O)₄(OAc)₄], teorik m/z 1331,21

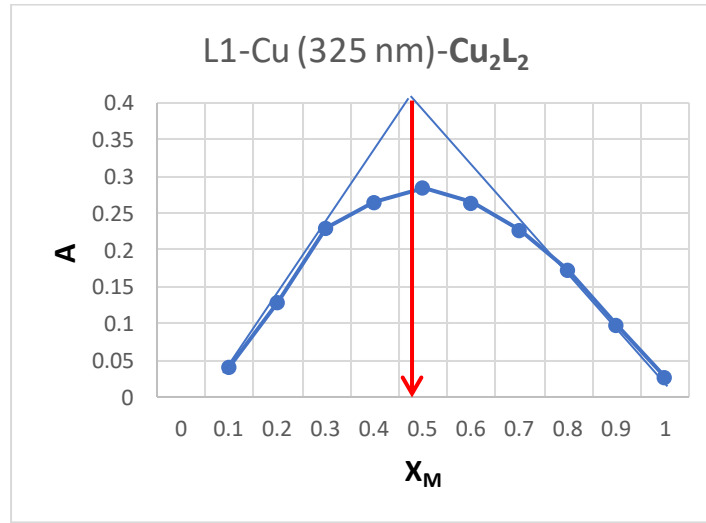
Çizelge 4.1. L¹ - Co (II) Kompleksi Termal Analizi.

Basamak	Sıcaklık aralığı (°C)	DTG pik (°C)	TG kütle kaybı (%)		Formül
			Bulunan	Hesaplanan	
1	21-157		10,6	10	4H ₂ O + OAc
2	157-471	327	28,3	77	3OAc + L
3	471-1000	694	48,5		
			12,6	11	2CoO (Artık)

4.2.2. L¹- Cu(II) Kompleksi



Şekil 4.4. L¹-Cu(II) kompleksinin yapısal gösterimi



Şekil 4.5. L¹-Cu(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3247, 3064, 2934, **1654**, 1542, 1475, 1397, 1319, 1284, 1284, 1236, 1201, 1168, 1151, 1099, 1047, 1003, 908, 861, 754, 693, 631, 611, 527, 488, 428, 414, 402.

Kütle(m/z):

425,329 L¹, teorik m/z 424,46

489,699 [Cu(L¹)]⁺, teorik m/z 488,01

912,500 [Cu(L¹)₂]⁺, teorik m/z 912,27

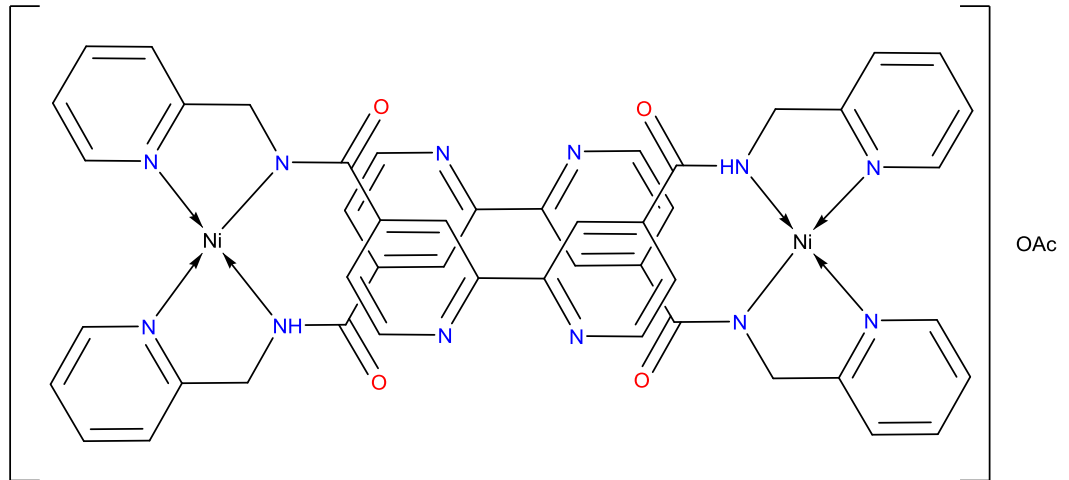
978,611 [Cu₂(L¹)₂+H]⁺, teorik m/z 978,22

1069,286 [Cu₂(L¹)₂(OAc)(H₂O)₂-2H]⁺, teorik m/z 1069,22

Çizelge 4.2. L¹ - Cu (II) Kompleksi Termal Analizi.

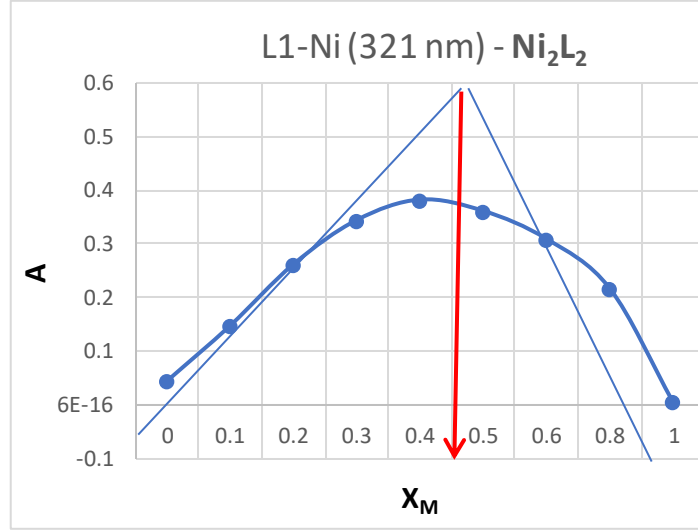
Basamak	Sıcaklık aralığı (°C)	DTG pik (°C)	TG kütle kaybı (%)		Formül
			Bulunan	Hesaplanan	
1	43-110		4,8	8	OAc + H ₂ O
2	110-900	308	68,5	79	2L
			26,7	15	2CuO (Artık)

4.2.3. L¹- Ni(II) Kompleksi



Chemical Formula: C₅₀H₄₁N₁₂Ni₂O₆
Molecular Weight: 1023,34

Şekil 4.6. L¹-Ni(II) kompleksinin yapısal gösterimi



Şekil 4.7. L¹-Ni(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3228, 3066, 2970, **1656**, 1591, 1533, 1478, 1398, 1320, 1283, 1233, 1217, 1201, 1170, 1152, 1128, 1100, 1046, 1021, 1002, 940, 899, 864, 756, 718, 692, 661, 614, 527, 489, 419, 402.

Kütle(m/z):

425,390 L¹, teorik m/z 424,46

481,533 [Ni(L¹)]⁺, teorik m/z 482,1

909,191 [Ni(L¹)₂+2H]⁺, teorik m/z 909,287

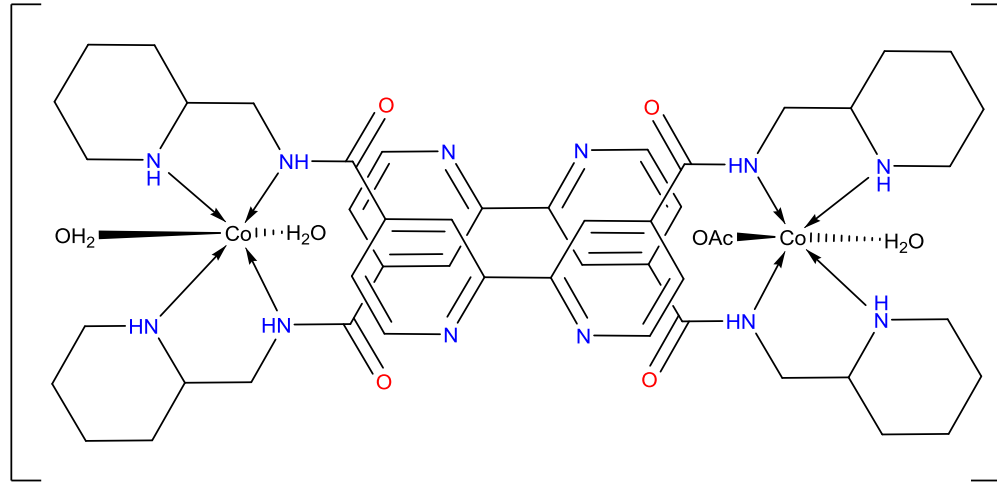
966,020 [Ni₂(L¹)₂]⁺, teorik m/z 966,31

1023,304 [Ni₂(L¹)₂(OAc)-2H]⁺, teorik m/z 1023,36

Çizelge 4.3. L1 - Ni (II) Kompleksi Termal Analizi.

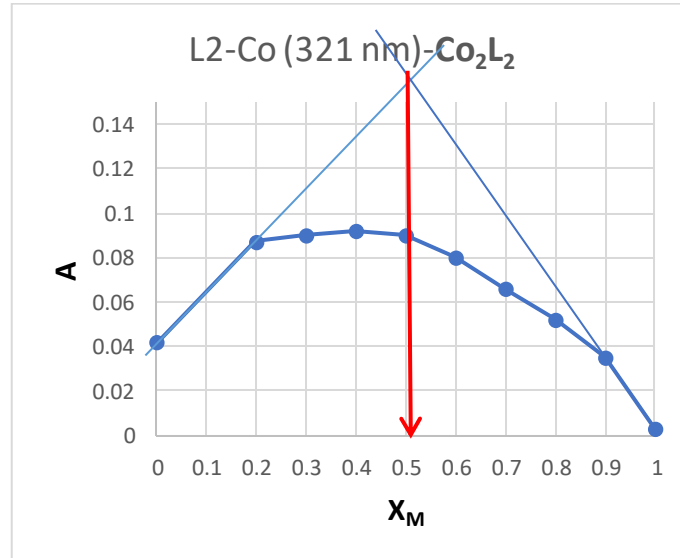
Basamak	Sıcaklık aralığı (°C)	DTG pik (°C)	TG kütle kaybı (%)		Formül
			Bulunan	Hesaplanan	
1	20-144		9,4	6	OAc
2	144-515	324	41,9	83	2L
3	515-900	666	33,9		
			14,8	15	NiO(Artık)

4.2.4. L² - Co(II) Kompleksi



Chemical Formula: C₅₀H₇₃Co₂N₁₂O₉
Molecular Weight: 1104,08

Şekil 4.8. L²-Co(II) kompleksinin yapısal gösterimi



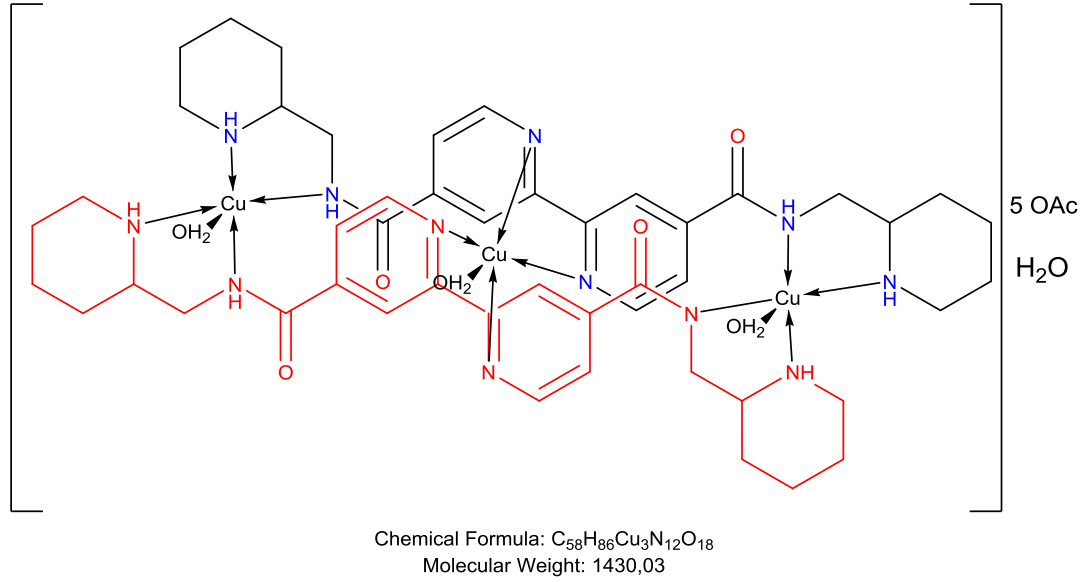
Şekil 4.9. L²-Co(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.

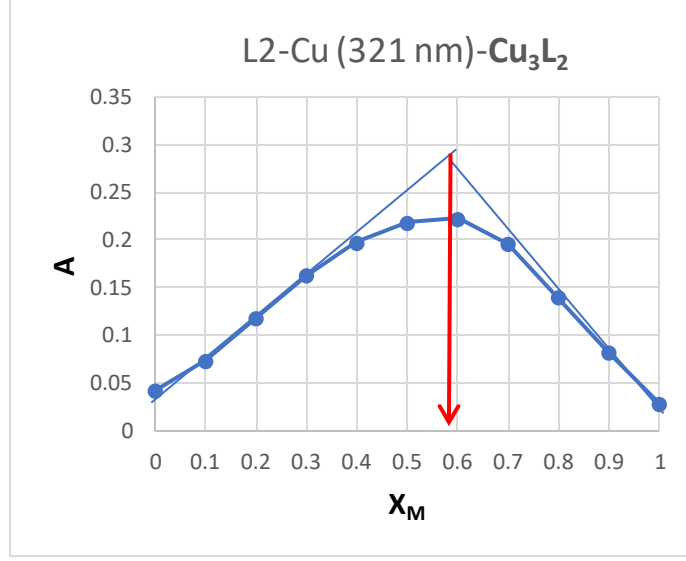
Renk: Turuncu

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3375, 3234, 2939, 2862, 1657, 1549, 1445, 1401, 1334, 1276, 1234, 1203, 1170, 1078, 1055, 1039, 965, 921, 860, 754, 648, 614, 516, 469,451, 428.

Kütle(m/z):446,842 L¹+0,5 H₂O, teorik m/z 445,571104,564 [Co₂(L²)₂(H₂O)₃(OAc)]⁺, teorik m/z 1104,08Çizelge 4.4. L² - Co (II) Kompleksi Termal Analizi.

Basamak	Sıcaklık aralığı (°C)	DTG pik (°C)	TG kütle kaybı (%)		Formül
			Bulunan	Hesaplanan	
1	20-119		6,0	5	3H ₂ O
2	119-479	302	46,6	84	OAc + 2L
3	479-669	563	12,8		
4	669-900	800	20,3		
			14,3	14	CoO (Artık)

4.2.5. L²- Cu(II) KompleksiŞekil 4.10. L²-Cu(II) kompleksinin yapısal gösterimi



Şekil 4.11. L²-Cu(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.

Renk: Koyu yeşil

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3248, 3110, 2939, 2858, 1651, 1552, 1477, 1400, 1339, 1285, 1235, 1159, 1126, 1088, 1039, 955, 931, 857, 757, 647, 616.

Kütle(m/z):

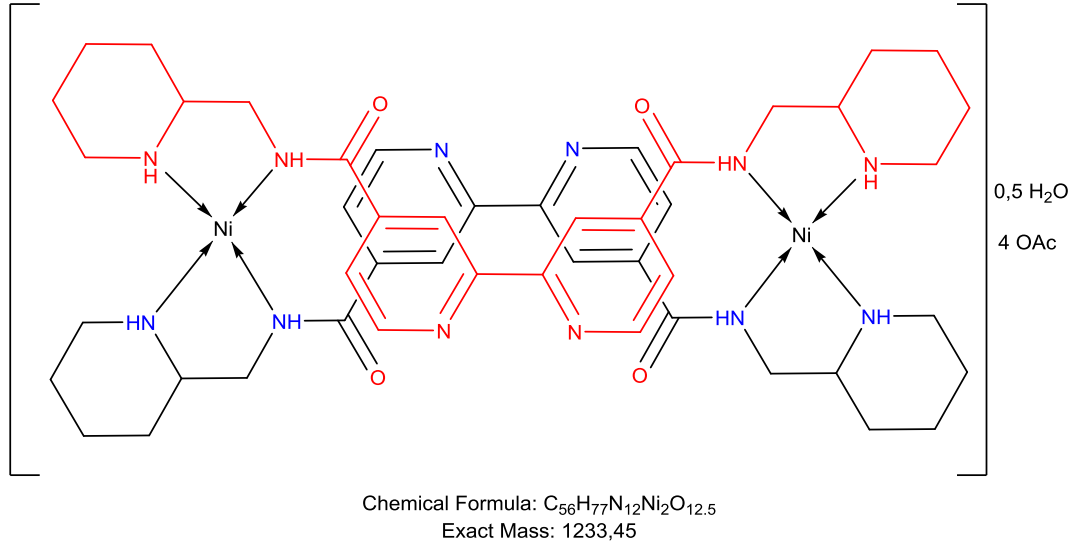
437,530 L², teorik m/z 436,56

1430,345 [Cu₃(L²)₂(H₂O)₄(OAc)₅-H]⁺, teorik m/z 1430,03

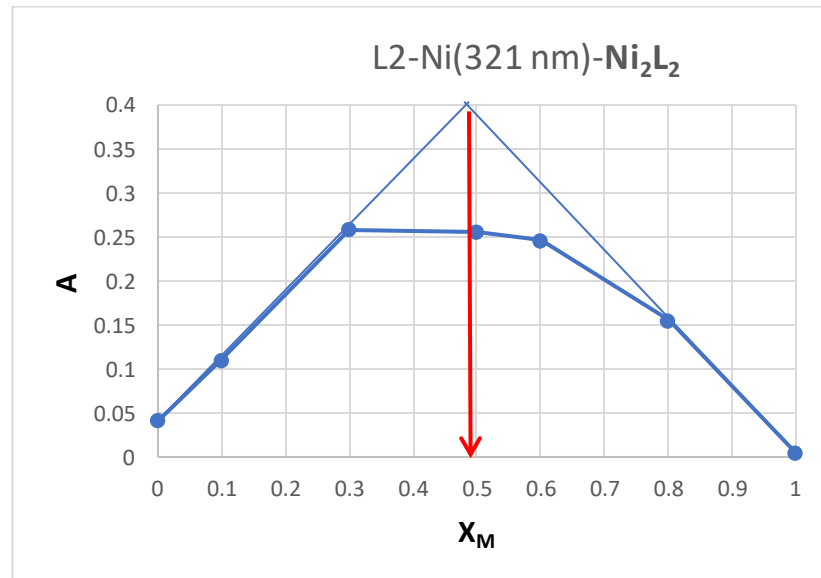
Çizelge 4.5. L² - Cu (II) Kompleksi Termal Analizi.

Basamak	Sıcaklık aralığı (°C)	DTG pik (°C)	TG kütle kaybı (%)		Formül
			Bulunan	Hesaplanan	
1	33-128		16,5	17	4H ₂ O + 3OAc
2	128-353	211	34,9	70	2OAc + 2L
3	353-530	382	8,7		
4	530-900	865	25,4		
			14,5	16	CuO (Artık)

4.2.6. L² - Ni(II) Kompleksi



Şekil 4.12. L²-Ni(II) kompleksinin yapısal gösterimi



Şekil 4.13. L²-Ni(II) kompleksinin Job metoduna göre M/L oranı.

Renk: Açık yeşil

FT-IR (ATR, ν cm⁻¹): 3239, 2935, 2860, 1656, 1548, 1476, 1402, 1340, 1279, 1233, 1202, 1167, 1134, 1083, 1046, 1018, 946, 927, 867, 853, 836, 758, 649, 616.

Kütle(m/z):

447,758: $L^2 + 0,5 H_2O$, teorik m/z 445,57

572,907: $[Ni(L^2)(H_2O)(OAc)]^+$, teorik m/z 571,22

933,700: $[Ni(L^2)_2]^+$, teorik m/z 931,81

1234,784 $[Ni_2(L^2)_2(OAc)_4 + 0,5 H_2O]^+$, teorik m/z 1233,45

Çizelge 4.6. L^2 - Ni (II) Kompleksi Termal Analizi

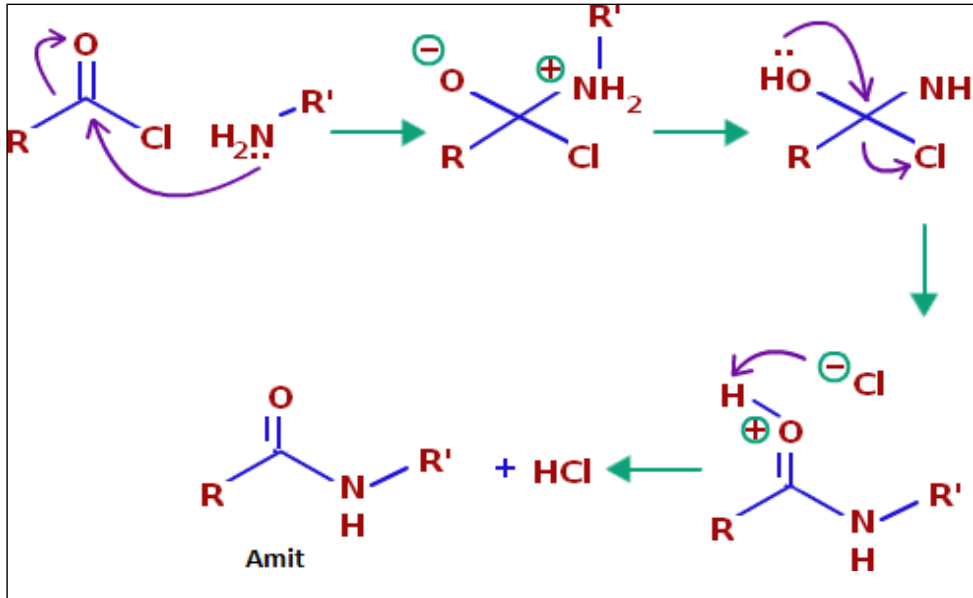
Basamak	Sıcaklık aralığı (°C)	DTG pik (°C)	TG kütle kaybı (%)		Formül
			Bulunan	Hesaplanan	
1	20-141		18,1	20	0,5 H ₂ O + 4OAc
2	141-504	281	67,1	70	2L
			14,8	12	NiO (Artık)

BÖLÜM 5

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, “4,4'-dimetil-2,2'-bipiridin” başlangıç maddesinden yola çıkılarak, 2 adet yeni simetrik diamit uçlu ligant ve bu ligandların bakır(II), kobalt(II) ve nikel(II) asetat tuzları ile oluşturduğu altı adet kompleks sentezlenmiştir. Ligantların yapıları FT-IR, ^1H NMR, ^{13}C NMR, ESI-MS ve elementel analiz teknikleri kullanılarak aydınlatılmaya çalışılmıştır. Koordinasyon bileşikleri ise FT-IR, Maldı-Toff MS ve UV-Vis(Job metodu) teknikleriyle aydınlatılmıştır.

Amit sentezleri, literatürdeki genel prosedürlere bakılarak; sentezlenen asit klorürlerin, bir baz varlığında, aminlerle reaksiyonu ile hazırlandı. Ligantlar, iyi bir verimle, yüksek saflıkta elde edildi.

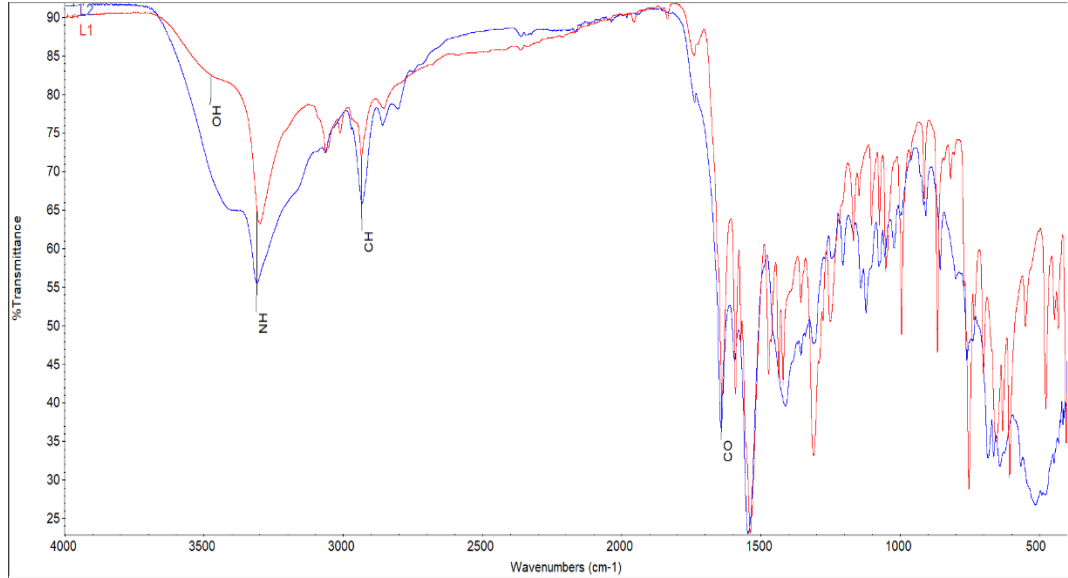


Şekil. 5.1. Asitklorürlerden amit oluşum mekanizması.

Metal tuzu ve ligantın başlangıç mol sayıları eşit (1:1) olarak alınarak supramoleküler yapılar elde edilmiştir. Metal-ligant oranları, Job metodu ile, metanoldeki konsantrasyonları, $5 \cdot 10^{-5}$ M kullanılarak hesaplandı ve grafikleri dördüncü bölümde verildi. Kompleks molekülleri de buna göre M_2L_2 ve M_3L_2 olarak çizildi.

5.1. FTIR SPEKTRUM SONUÇLARI

Amit fonksiyonel grubu taşıyan ligandların ve komplekslerin karakteristik bantları çizelge 5.1'de gösterilmiştir. L^1 ligantında N-H gerilme titreşim bandı; 3298 cm^{-1} 'de, C=O gerilme titreşim bandı; 1637 cm^{-1} 'de ve N-H eğilme titreşim bandı 1590 cm^{-1} 'de gözlenirken, L^2 ligantında ise N-H gerilme titreşim bandı; 3308 cm^{-1} 'de, C=O gerilme titreşim bandı; 1641 cm^{-1} 'de ve N-H eğilme titreşim bandı 1592 cm^{-1} 'de gözlemlenmiştir. Ayrıca ligantların spektrumundaki, 3450 cm^{-1} civarındaki band yapıda amid NH grubu ile hidrojen bağı yapmış suya ait OH bulunduğunu [38] ve daha geniş banda sahip ikinci ligantta daha fazla su olduğunu göstermektedir.



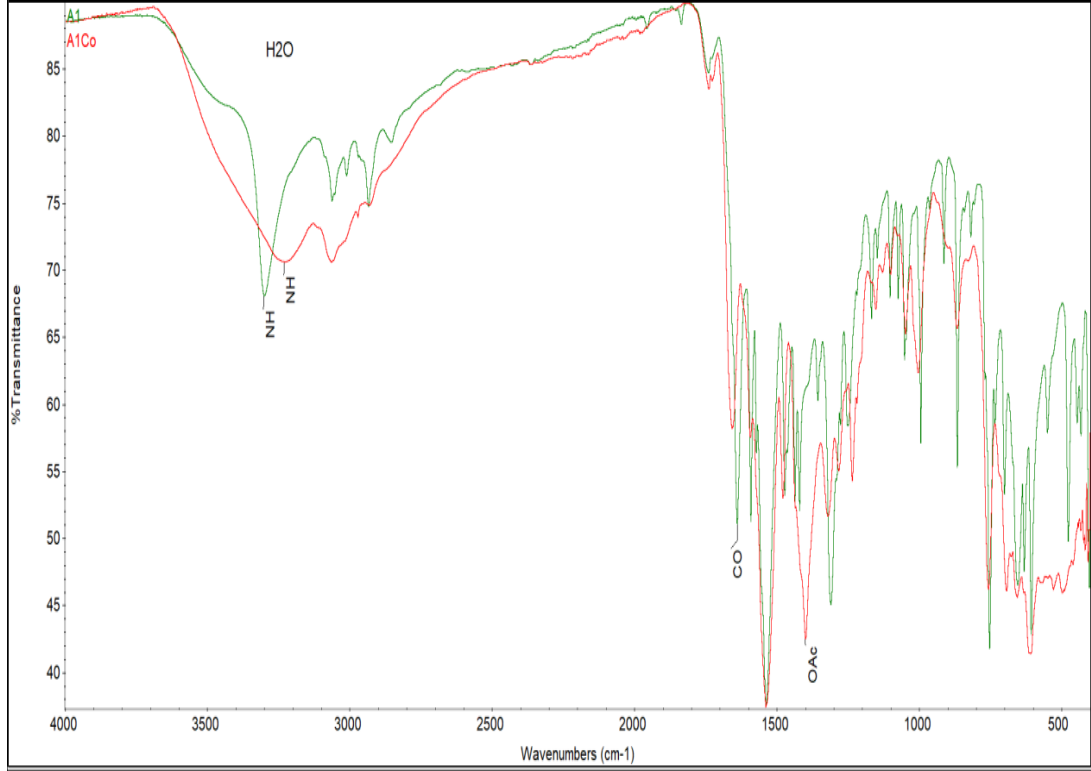
Şekil 5.2. L^1 ve L^2 ligantlarının FT-IR spektrumları

Komplekslerde ise N-H gerilme titreşim bandı, $3248\text{--}3227 \text{ cm}^{-1}$ aralığında; C=O titreşim bandı, $1657\text{--}1651 \text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlemlenmiştir. Ayrıca komplekslerdeki

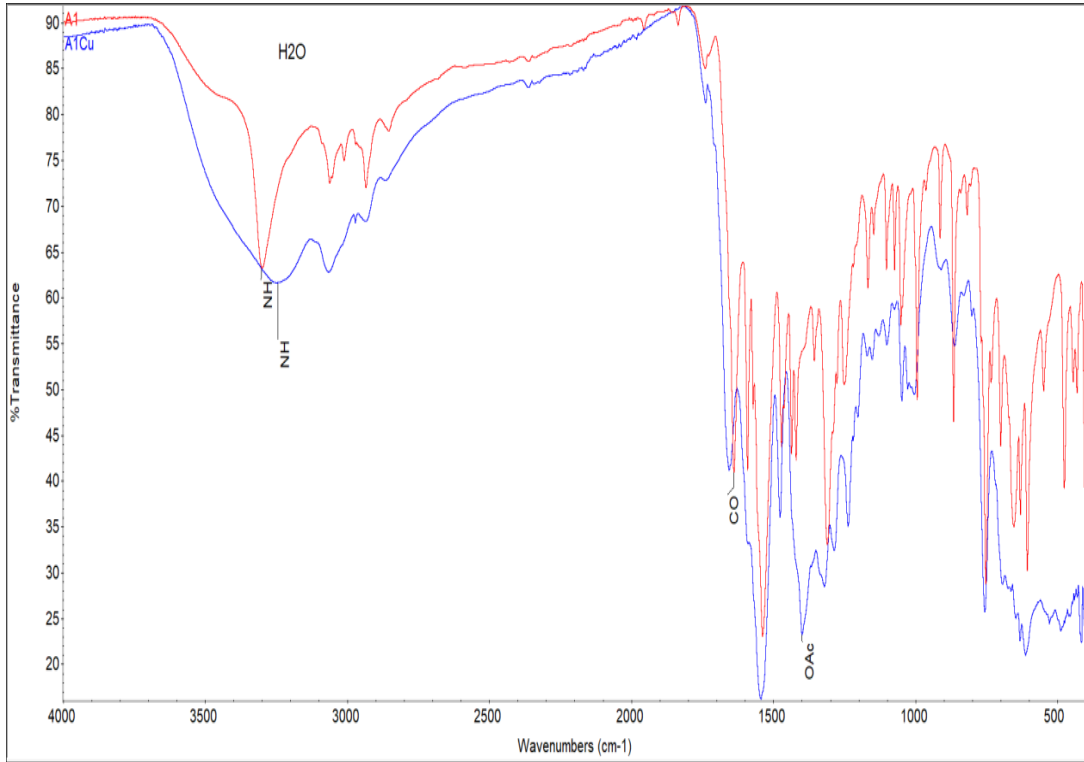
asetat iyonu $\nu(\text{COO}^-)$ simetrik gerilme titreşim pikleri de $1402\text{--}1397\text{ cm}^{-1}$ aralığında belirlenmiştir. Bu da asetat iyonlarının serbest olarak bulunduğunu göstermektedir [39]. Komplekslerdeki C=O gerilme titreşim bandlarının düşük enerjiye kaymayıp yüksek enerjiye kayması, oksijenin koordinasyona katılmadığına işaret etmektedir. Amitlere ait C=O, NH ve OAc titreşim frekansları Çizelge 5.1’de gösterilmiştir. N-H gerilme titreşim bantlarındaki düşük alana kayma, amit ligandların metale N-H üzerinden bağlandığını göstermektedir [40]. Komplekslerde N-H piklerinin çok yaygın ve geniş absorpsiyon bandının varlığı, $3550\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki kristal suyuyla H-bağı yaptığını göstermektedir. Ayrıca L2-Co ve L2-Cu spektrumlarında sırasıyla 965 ve 955 cm^{-1} ’deki pikler, metalle koordinasyon bağı yapmış su moleküllerini kanıtlamaktadır [38]. Komplekslerin ve ligantların birleştirilmiş spektrumları (şekil 5.1.2-5.1.7) aşağıdadır.

Çizelge 5.1. Ligandların ve komplekslerin seçilmiş FTIR frekans değerleri.

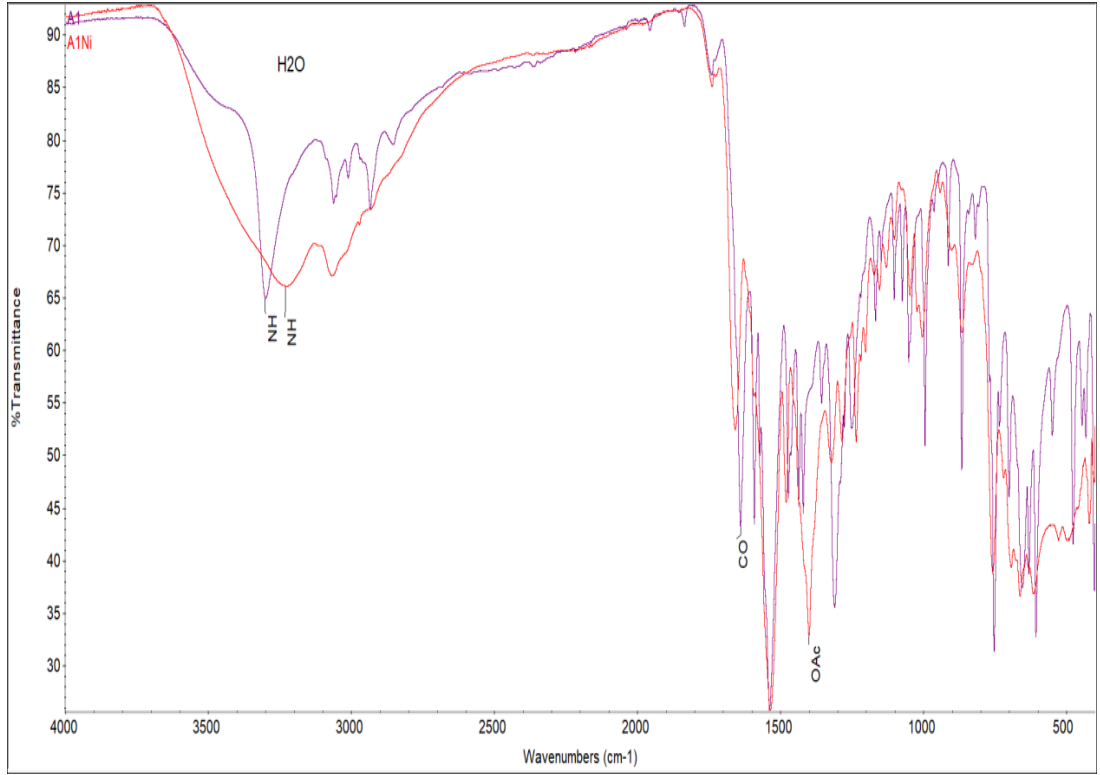
Bileşik	ν N-H gerilme (cm^{-1})	ν C=O gerilme (cm^{-1})	ν N-H eğilme (cm^{-1})	ν OAc simetrik gerilme (cm^{-1})
L ¹	3298	1637	1590	-
L ²	3308	1641	1592	-
L ¹ -Co Kompleksi	3227	1656	1592	1397
L ¹ -Cu Kompleksi	3247	1654	1592	1397
L ¹ -Ni Kompleksi	3228	1656	-	1398
L ² -Co Kompleksi	3234	1657	-	1400
L ² -Cu Kompleksi	3248	1651	-	1401
L ² -Ni Kompleksi	3239	1656	-	1402



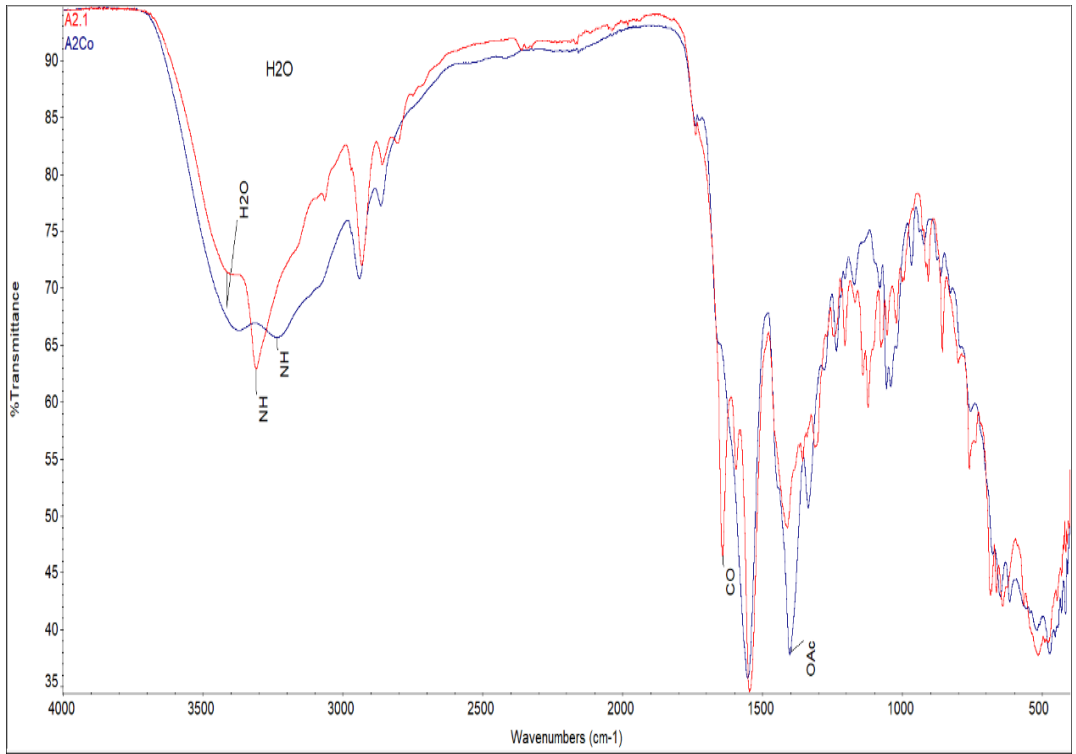
Şekil 5.3. L^1 ve L^1 -Co kompleksi FT-IR spektrumu



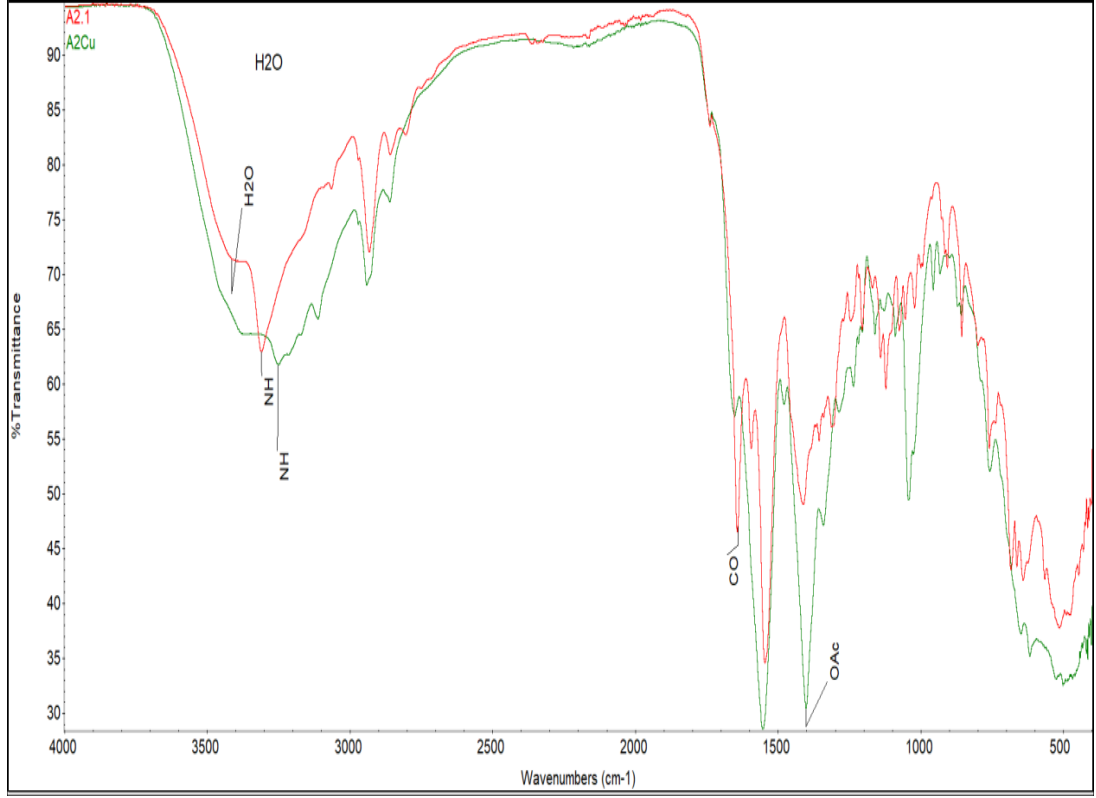
Şekil 5.4. L^1 ve L^1 -Cu kompleksi FT-IR spektrumu



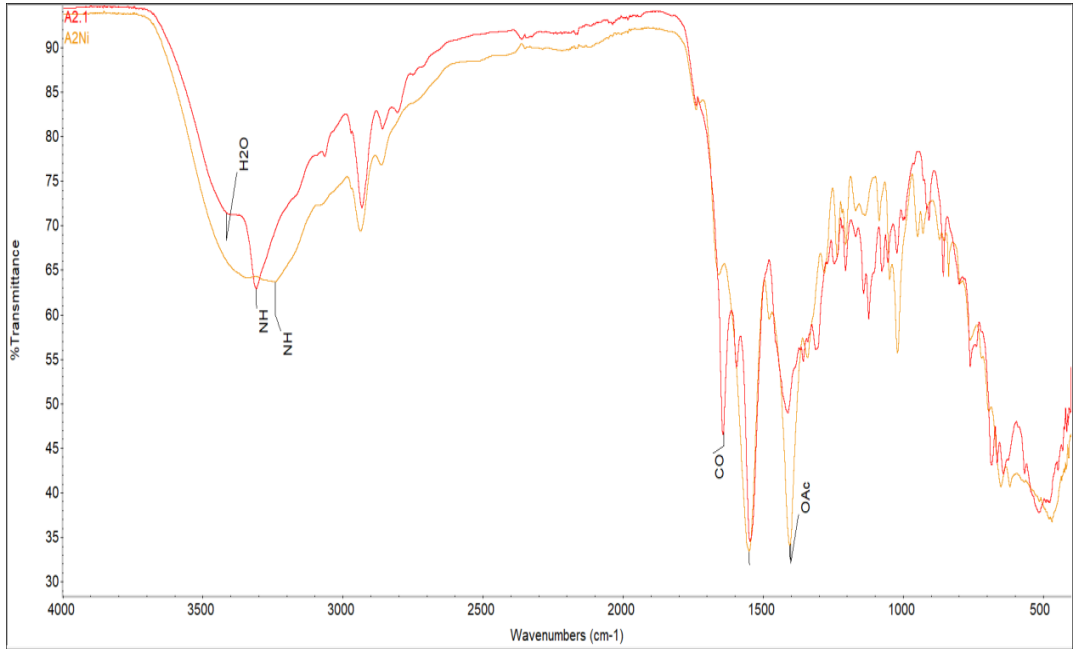
Şekil 5.5. L¹ ve L¹-Ni kompleksi FT-IR spektrumu



Şekil 5.6. L² ve L²-Co kompleksi FT-IR spektrumu

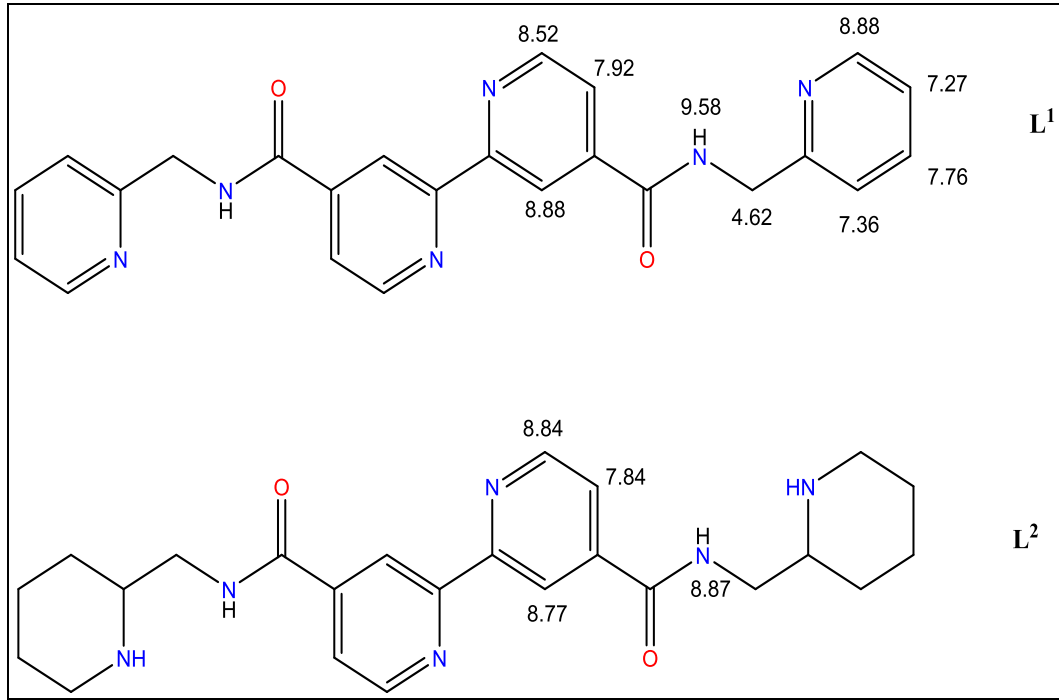


Şekil 5.7. L^2 ve L^2 -Cu kompleksi FT-IR spektrumu



Şekil 5.8. L^2 ve L^2 -Ni kompleksi FT-IR spektrumu

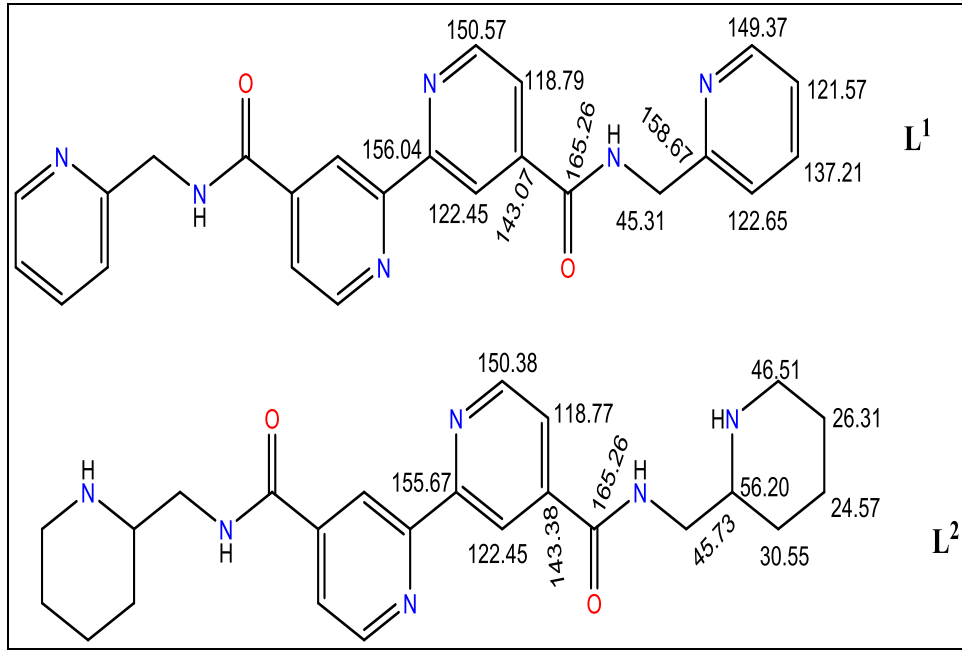
5.2. ¹H-NMR SONUÇLARI



Şekil 5.9. L¹ ve L² ligandının belirlenen ¹H-NMR pikleri.

Ligantların ¹H-NMR pikleri, Şekil 5.2.1'de gösterilmiştir. ¹H-NMR sonuçlarına göre: L¹ ligandına ait N-H piki triplet olarak 9,58 ppm de, bpy3,3' ve py6,6' piki dublet olarak 8,88 ppm de, bpy6,6' piki dublet olarak 8,52 ppm de, bpy5,5' piki dublet olarak 7,92 ppm de, py4,4' piki triplet olarak 7,76 ppm de, py3,3' piki dublet olarak 7,36 ppm de, py5,5' piki dd olarak 7,27 ppm de ve -CH₂- grubuna ait pik ise dublet olarak 4,62 ppm de; L² ligandına ait N-H piki triplet olarak 8,87 ppm de, bpy6,6' piki dublet olarak 8,84 ppm de, bpy3,3' piki singlet olarak 8,77 ppm de, bpy5,5' piki dublet olarak 7,84 ppm de, piperidin ve -CH₂- grubuna ait 11 pik ise 3,25-1,03 ppm aralığında gözlemlenmiştir.

5.3. ^{13}C -NMR SONUÇLARI



Şekil 5.10. L¹ ve L² ligandının C-NMR pikleri.

Ligantların ^{13}C -NMR pikleri, Şekil 5.3.1’de gösterilmiştir. L¹ ve L²’de beklendiği gibi simetrik 12 adet karbon piki gözlenmiştir. Karbonil piki; hem L¹ hem de L² için 165.26 ppm’de gözlenmiştir. -CH₂- grubuna ait pikler ise, L¹’de 45.31, L²’de 45.73 olarak belirlenmiştir.

5.4. ^{13}C -NMR-DEPT SONUÇLARI

^{13}C -NMR-DEPT sonuçlarına göre; L¹ ligandına ait C pikleri: 165.26, 158.67, 156.04, 143.07; CH pikleri: 150.57, 149.37, 137.21, 122.65, 122.45, 121.57, 118.79; CH₂ piki ise 45.31’da; L² ligandına ait C pikleri: 165.26, 155.94, 143.43; CH pikleri: 150.38, 122.45, 118.77, 56.20; CH₂ pikleri ise 46.51, 45.73, 30.31, 26.31, 24.57’de tespit edilmiştir.

5.5. KÜTLE SPEKTRUM SONUÇLARI

L^1 ve L^2 ligantlarının sırasıyla; 424 ve 436 $g\text{mol}^{-1}$ olarak hesaplanmış olan M^+ moleküler pikleri; ESI-MS spektrumunda, sırasıyla 425.10, 436.79,'de gözlemlenmiştir. MALDI-TOF MS analiz sonuçları komplekslerin, M_2L_2 ve M_3L_2 yapısında olduğunu göstermektedir. Oluşan komplekslerde, Gao'nun tezinde[41]. belirttiği gibi, amit grupları metalle koordinasyon bağı oluştururken, çoğunlukla amit protonu deprotonasyona uğramaktadır. Kütle pikleri bu durumu kanıtlamaktadır. Kütle piklerinden tespit edilen komplekslerin muhtemel yapıları çizelge 5.5.1'de verilmiştir.

Çizelge 5.2. Komplekslerin belirlenen MALDI-TOF kütle pikleri.

Kompleksler	MS Piki
$[\text{Co}_3(\text{L}^1)_2(\text{H}_2\text{O})_4(\text{OAc})_4]^+$,	1330.900
$[\text{Cu}_2(\text{L}^1)_2(\text{OAc})(\text{H}_2\text{O})_2-2\text{H}]^+$,	1069,286
$[\text{Ni}_2(\text{L}^1)_2(\text{OAc})-2\text{H}]^+$,	1023,304
$[\text{Co}_2(\text{L}^2)_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{OAc})]^+$,	1104,564
$[\text{Cu}_3(\text{L}^2)_2(\text{H}_2\text{O})_4(\text{OAc})_5-\text{H}]^+$,	1430.345
$[\text{Ni}_2(\text{L}^2)_2(\text{OAc})_{4+0,5\text{H}_2\text{O}}]^+$,	1234,784

5.6. ELEMENTEL ANALİZ SONUÇLARI

Ligandların C, H, N elementel analiz sonuçlarının hesaplanan değerlerle uyum içinde olduğu görülmüştür. Elementel analiz sonuçlarına göre, L^1 0,5 mol; L^2 ise 1,5 mol kristal suyu bulundurmaktadır. Bu durum H-NMR ve FT-IR sonuçları ile de uyumludur.

5.7. TERMAL ANALİZ SONUÇLARI

Komplekslerinin termal analiz eğrileri (TG, DTG ve DTA) Şekil Ek A 29-34'de verildi, termal bozunmalarına ilişkin termoanalitik veriler ise Çizelge 4.2.1–

4.2.6' da özetlendi. DTG eğrileri, termal bozunmanın, 2-4 basamakta gerçekleştiğini göstermektedir. Komplekslerin DTG piklerinden, en fazla dekompozisyonun yaklaşık 200-450 °C arasında gerçekleştiği anlaşılmaktadır. DTA grafiklerinden tüm termal basamakların endotermik olduğu açıkça görülmektedir. L¹ kompleksleri yaklaşık 150 °C'ye kadar kararlı iken, L² kompleksleri yaklaşık 130 °C'ye kadar kararlıdır. Analiz sonuçlarına göre, kompleksler hidroskobiktir, kristal suyu ve koordine su molekülleri bulunmaktadır. Termal analiz hesaplamaları bölüm 4'te çizelge 4.2.1-4.2.6'de tablo olarak verilmiştir.

KAYNAKLAR

1. Constable, E. C. and Housecroft, C. E., "The Early Years of 2, 2'-Bipyridine—A Ligand in Its Own Lifetime", *Molecules*, 24 (21): 3951 (2019).
2. Yılmaz, İ., Acar-Selçuki, N., Coles, S. J., Pekdemir, F., and Şengül, A., "Spectroscopic, structural and DFT studies of luminescent Pt(II) and Ag(I) complexes with an asymmetric 2,2'-bipyridine chelating ligand", *Journal Of Molecular Structure*, 1223: (2021).
3. Ostad, S. N., Emadi, S. M., Tavajohi, S., Amani, V., and Abedi, A., "2,2' - bipyridine); Crystal Structure and Biological Activity", *Notes Bull. Korean Chem. Soc.*, 33 (11): 3891–3894 (2012).
4. Hochwimmer, G., Nuyken, O., and Schubert, U. S., "6,6'-Bisfunctionalized 2,2'-bipyridines as metallo-supramolecular initiators for the living polymerization of oxazolines", *Macromolecular Rapid Communications*, 19 (6): 309–313 (1998).
5. Clement, O., Rapko, B. M., and Hay, B. P., "Structural aspects of metal–amide complexes", *Coordination Chemistry Reviews*, 170 (1): 203–243 (1998).
6. NILOOFAR ZARRABI, "The Synthesis and Coordination Chemistry of Two Families of Polydentate Ligands - Exploring Their Potential for the Preparation of Molecule-Based Magnets", *Brock University St.Catharines, Ontario, Canada*, (2011).
7. Gudasi, K., Vadavi, R., Shenoy, R., Patil, M., Patil, S. A., and Nethaji, M., "Transition metal complexes of a tridentate ligand bearing two pendant pyridine bases: The X-ray crystal structure of pentacoordinate copper(II) complex", *Inorganica Chimica Acta*, 358 (13): 3799–3806 (2005).
8. Mishra, A., Kaushik, N. K., Verma, A. K., and Gupta, R., "Synthesis, characterization and antibacterial activity of cobalt(III) complexes with pyridine-amide ligands", *European Journal Of Medicinal Chemistry*, 43 (10): 2189–2196 (2008).
9. Tyagi, P., Chandra, S., and Saraswat, B. S., "Ni (II) and Zn (II) complexes of 2-((thiophen-2-ylmethylene) amino) benzamide: Synthesis, spectroscopic characterization, thermal, DFT and anticancer activities", *Spectrochimica Acta Part A: Molecular And Biomolecular Spectroscopy*, 134: 200–209 (2015).

10. **İnternet:** "Peptit Bağı", <https://webders.net/892/peptit-bagi.html> (2020).
11. Han, Q., Xiong, X., and Li, S., "An efficient, green and scale-up synthesis of amides from esters and amines catalyzed by Ru-MACHO catalyst under mild conditions", *Catalysis Communications*, 58: 85–88 (2015).
12. Renfrew, A. K., O'Neill, E. S., Hambley, T. W., and New, E. J., "Harnessing the properties of cobalt coordination complexes for biological application", *Coordination Chemistry Reviews*, 375: 221–233 (2018).
13. Rosu, T., Pasculescu, S., Lazar, V., Chifiriuc, C., and Cernat, R., "Copper(II) complexes with ligands derived from 4-amino-2,3-dimethyl-1-phenyl-3-pyrazolin-5-one: Synthesis and biological activity", *Molecules*, 11 (11): 904–914 (2006).
14. Doğan, M. and Demirci, S., "Vitamin B12 and its effects on neurological disorders", *SDÜ Sağlık Bilimleri Dergisi*, 1 (1): 23–29 (2010).
15. Ghincea, A. R., "Beauty and Elegance in the World Around Us:: Elucidating the Higher Order Structure of the B12 Riboswitch in thermatoga Maratima and Reflections Concerning the Interface Between Science and Religion", (2012).
16. Khandar, A. A., Shaabani, B., Belaj, F., and Bakhtiari, A., "Synthesis, characterization and spectroscopic and electrochemical studies of new axially coordinated cobalt (III) salen (salen= N, N'-bis (salicylidene)-1, 2-ethylenediamine) complexes. The crystal structure of [CoIII (salen)(aniline) 2] ClO4", *Polyhedron*, 25 (9): 1893–1900 (2006).
17. Yadav, N. and Bhojak, N., "Microwave assisted synthesis, spectral and antibacterial investigation on Co (II) complexes with amide ligands", *The Int J Eng Sci*, 2 (2): 166–168 (2013).
18. Yao, R., Zhou, Y., Meng, L. Y., Gao, Z. Y., Wu, B. L., and Zhang, H. Y., "A novel 2D porous polymer constructed by a U-shaped bis(amidopyridine) ligand and cobalt(II)", *Inorganic Chemistry Communications*, 24: 55–58 (2012).
19. Kozlevčar, B., "Structural analysis of a series of copper (II) coordination compounds and correlation with their magnetic properties", *Croatica Chemica Acta*, 81 (2): 369–379 (2008).
20. Singh, A. P., Kaushik, N. K., Verma, A. K., Hundal, G., and Gupta, R., "Synthesis, structure and biological activity of copper (II) complexes of 4-(2-pyridylmethyl)-1, 7-dimethyl-1, 4, 7-triazonane-2, 6-dione and 4-(2-pyridylethyl)-1, 7-dimethyl-1, 4, 7-triazonane-2, 6-dione", *European Journal Of Medicinal Chemistry*, 44 (4): 1607–1614 (2009).

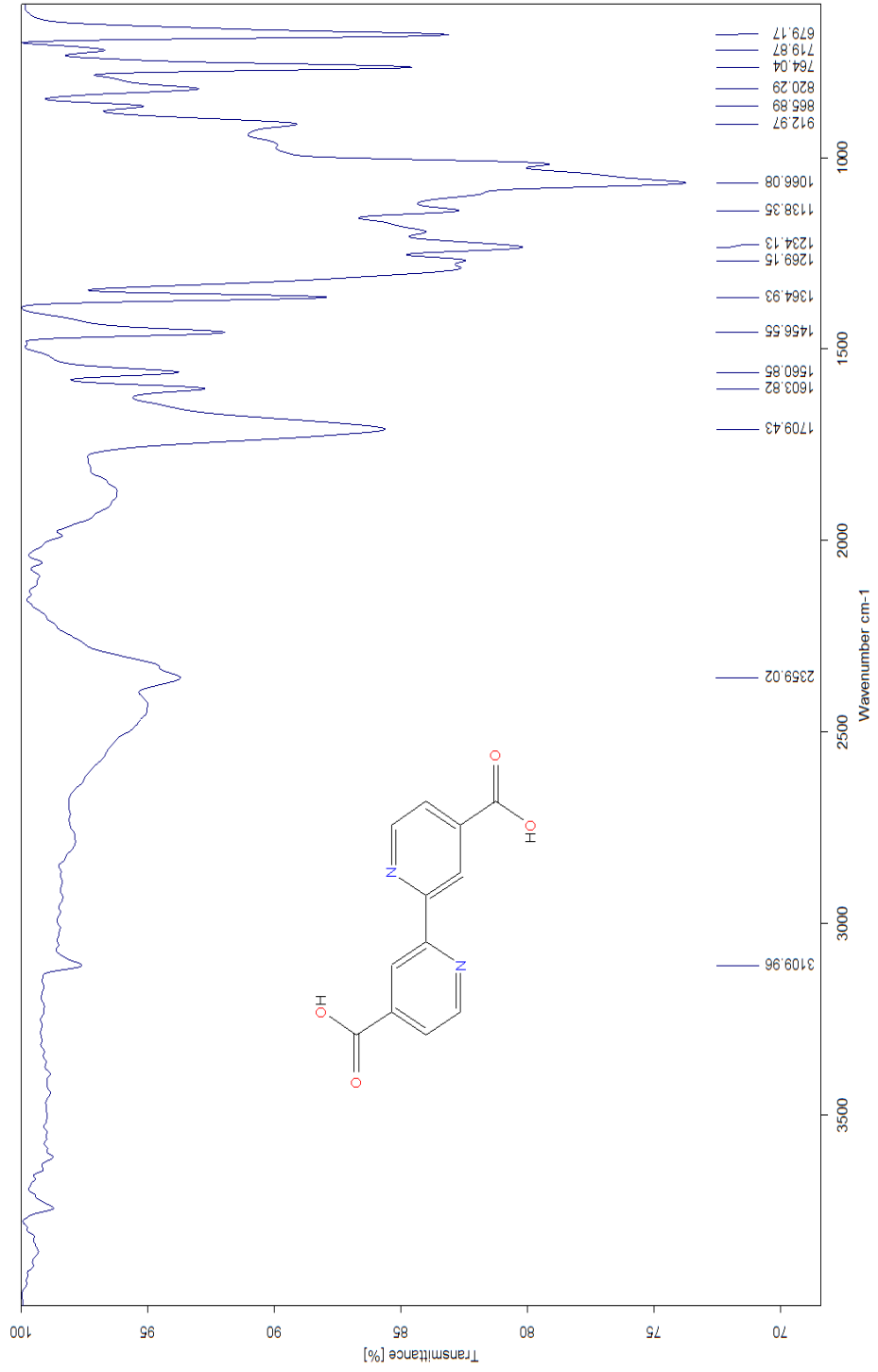
21. Kalinowska-Lis, U., Szewczyk, E. M., Chęcińska, L., Wojciechowski, J. M., Wolf, W. M., and Ochocki, J., "Synthesis, characterization, and antimicrobial activity of silver (I) and copper (II) complexes of phosphate derivatives of pyridine and benzimidazole", *ChemMedChem*, 9 (1): 169–176 (2014).
22. Singh, B. K., Bhojak, N., Mishra, P., and Garg, B. S., "Copper (II) complexes with bioactive carboxamide: synthesis, characterization and biological activity", *Spectrochimica Acta Part A: Molecular And Biomolecular Spectroscopy*, 70 (4): 758–765 (2008).
23. Pahonțu, E., Ilieș, D.-C., Shova, S., Paraschivescu, C., Badea, M., Gulea, A., and Roșu, T., "Synthesis, characterization, crystal structure and antimicrobial activity of copper (II) complexes with the Schiff base derived from 2-hydroxy-4-methoxybenzaldehyde", *Molecules*, 20 (4): 5771–5792 (2015).
24. Belousoff, M. J., Duriska, M. B., Graham, B., Batten, S. R., Moubaraki, B., Murray, K. S., and Spiccia, L., "Synthesis, X-ray crystal structures, magnetism, and phosphate ester cleavage properties of copper (II) complexes of N-substituted derivatives of 1, 4, 7-triazacyclononane", *Inorganic Chemistry*, 45 (9): 3746–3755 (2006).
25. Lin, L., Wang, D., Ye, J.-L., Lin, M., Wang, D.-J., and Yin, G.-D., "Oxadiazole-based selective chemosensor for copper (II) based on fluorescence quenching", *Synthetic Metals*, 221: 220–226 (2016).
26. Jiang, Z.-J., Lv, H.-S., Zhu, J., and Zhao, B.-X., "New fluorescent chemosensor based on quinoline and coumarine for Cu²⁺", *Synthetic Metals*, 162 (23): 2112–2116 (2012).
27. Chandra, S., Bargujar, S., Nirwal, R., and Yadav, N., "Synthesis, spectral characterization and biological evaluation of copper (II) and nickel (II) complexes with thiosemicarbazones derived from a bidentate Schiff base", *Spectrochimica Acta Part A: Molecular And Biomolecular Spectroscopy*, 106: 91–98 (2013).
28. Patel, R. N., Rawat, S. P., Choudhary, M., Sondhiya, V. P., Patel, D. K., Shukla, K. K., Patel, D. K., Singh, Y., and Pandey, R., "Synthesis, structure and biological activities of mixed ligand copper (II) and nickel (II) complexes of N'-(1E)-[(5-bromo-2-hydroxyphenyl) methylidene] benzoylhydrazone", *Inorganica Chimica Acta*, 392: 283–291 (2012).
29. Pickart, L., Vasquez-Soltero, J. M., and Margolina, A., "The Human Tripeptide GHK-Cu in Prevention of Oxidative Stress and Degenerative Conditions of Aging: Implications for Cognitive Health", *Oxidative Medicine And Cellular Longevity*, 2012: 324832 (2012).
30. Rasyda, Y. A., Rahardjo, S. B., and Nurdiyah, F., "Synthesis and Characterization Complex Nickel(II) with Diphenylamine", (2019).

31. Dinda, R., Schmiesing, C. S., Sinn, E., Patil, Y. P., Nethaji, M., Stoeckli-Evans, H., and Acharyya, R., "Mixed-ligand nickel (II) thiosemicarbazone complexes: Synthesis, characterization and biological evaluation", *Polyhedron*, 50 (1): 354–363 (2013).
32. Totta, X., Papadopoulou, A. A., Hatzidimitriou, A. G., Papadopoulos, A., and Psomas, G., "Synthesis, structure and biological activity of nickel (II) complexes with mefenamato and nitrogen-donor ligands", *Journal Of Inorganic Biochemistry*, 145: 79–93 (2015).
33. Herritsch, J., Luy, J.-N., Rohlf, S., Gruber, M., Klein, B. P., Kalläne, M., Schweyen, P., Bröring, M., Rossnagel, K., Tonner, R., and Gottfried, J. M., "Influence of Ring Contraction on the Electronic Structure of Nickel Tetrapyrrole Complexes: Corrole vs Porphyrin", *ECS Journal Of Solid State Science And Technology*, 9 (6): 061005 (2020).
34. Jazestani, M., Chiniforoshan, H., Tabrizi, L., McArdle, P., and Notash, B., "Synthesis, crystal structure of nickel (II) complexes of 4-nitro phenylcyanamide: Comparative in vitro evaluations of biological perspectives", *Inorganica Chimica Acta*, 450: 402–410 (2016).
35. Filippova, I. G., Gherco, O. A., Simonov, Y. A., Deseatnic-Ciloci, A. A., Clapco, S. F., Tiurina, J. P., and Baca, S. G., "Synthesis, structures and biological properties of nickel (II) phthalates with imidazole and its derivatives", *Polyhedron*, 29 (3): 1102–1108 (2010).
36. Hirao, T., Moriuchi, T., Ishikawa, T., Nishimura, K., Mikami, S., Ohshiro, Y., and Ikeda, I., "A novel catalytic system for oxygenation with molecular oxygen induced by transition metal complexes with a multidentate N-heterocyclic podand ligand", *Journal Of Molecular Catalysis A: Chemical*, 113 (1–2): 117–130 (1996).
37. Luo, Y.-H., Liu, Q.-L., Yang, L.-J., Sun, Y., Wang, J.-W., You, C.-Q., and Sun, B.-W., "Magnetic observation of above room-temperature spin transition in vesicular nano-spheres", *J. Mater. Chem. C*, 4 (34): 8061–8069 (2016).
38. Nakamoto, K., "Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds: Part B: Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry", *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds: Part B: Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*, *John Wiley And Sons*, 1–408 (2008).
39. D, S. and R, R., "Synthesis, characterization and biological studies of homobimetallic schiff base Cu(II) and Ni(II) complexes", *Chemical Science Transactions*, 2 (3): 711–726 (2013).
40. Odisitse, S. and Jackson, G. E., "In vitro and in vivo studies of N,N'-bis[2(2-pyridyl)-methyl]pyridine-2,6-dicarboxamide-copper(II) and rheumatoid

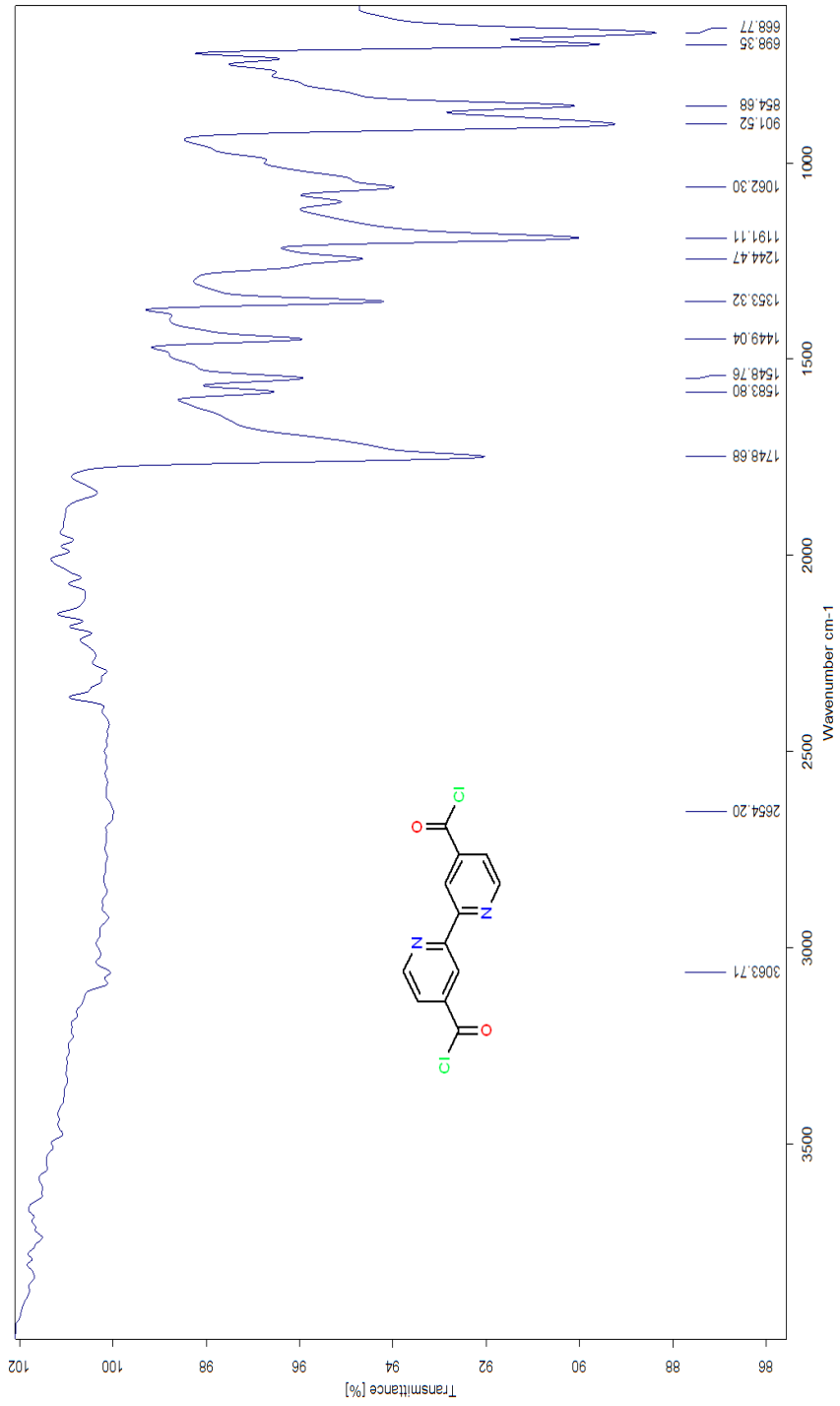
arthritis", *Polyhedron*, 27 (1): 453–464 (2008).

41. Gao, H., "Synthesis, Characterisation and Transition Metal Ion Complexation Studies of "Pocket-Like" Imine and Amide Derivatives", *Faculty of Science and Engineering, National University of Ireland*, (2013).

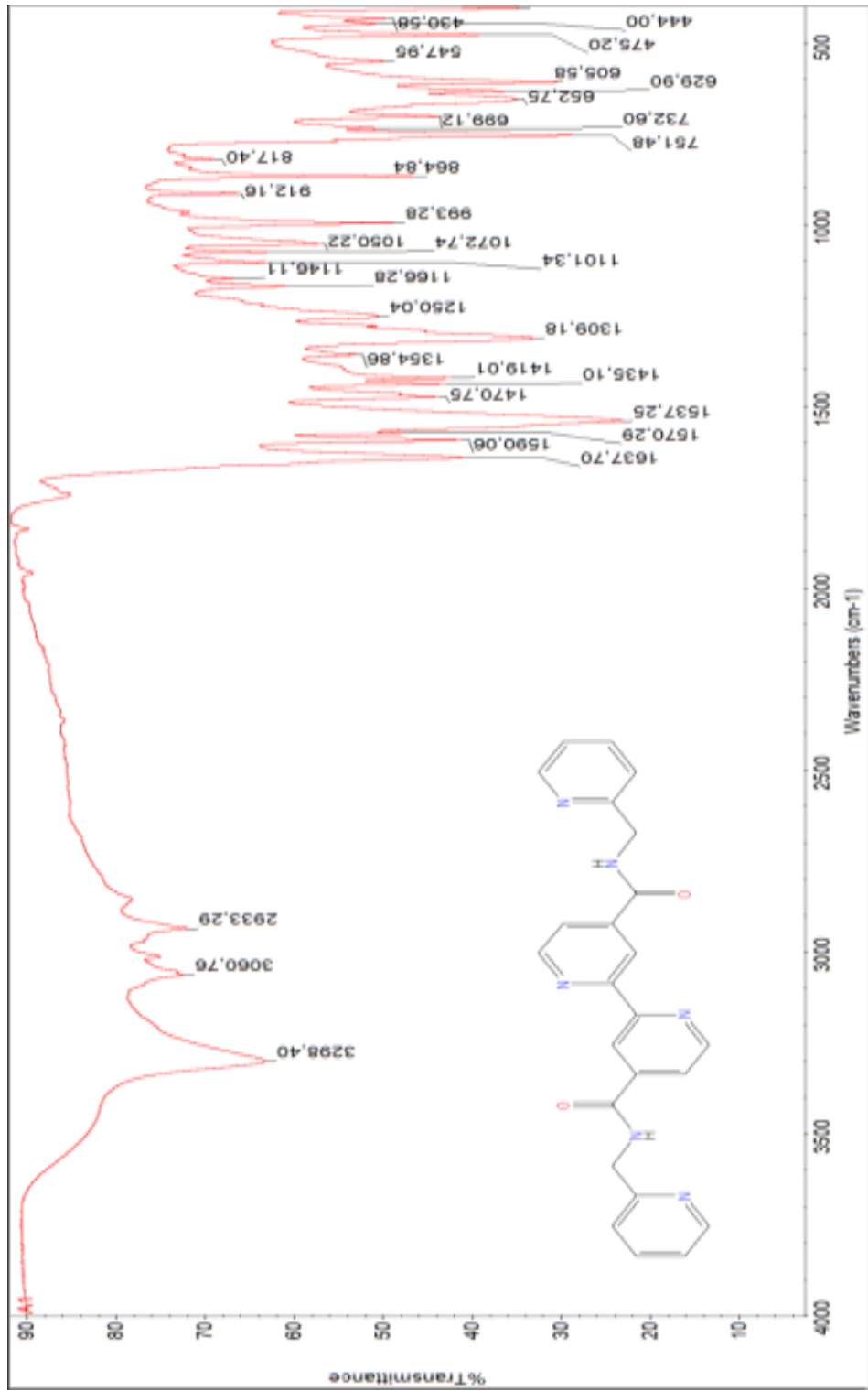
EK AÇIKLAMALAR A.
SPEKTRUMLAR



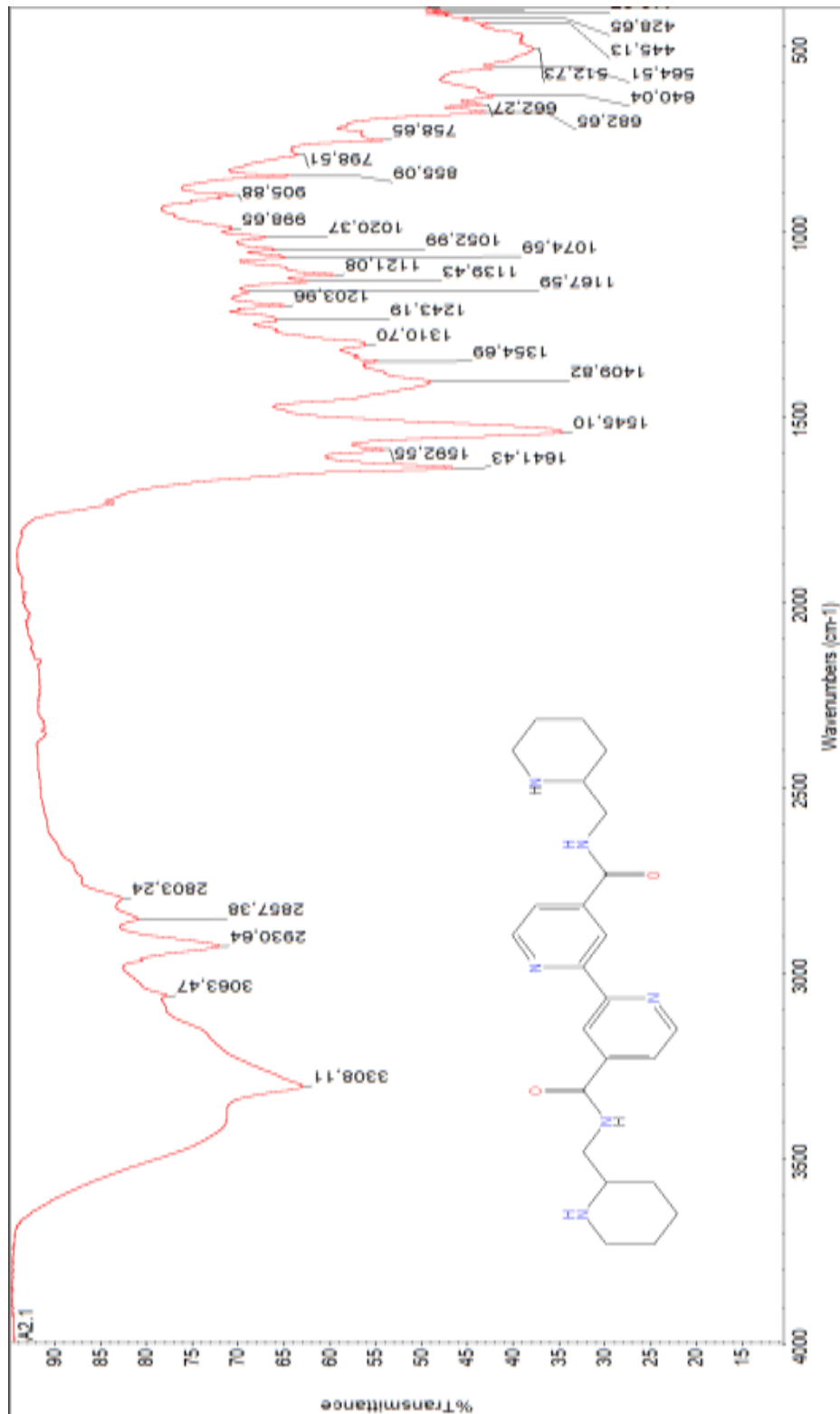
Şekil Ek.A.1 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit FTIR spektrumu.



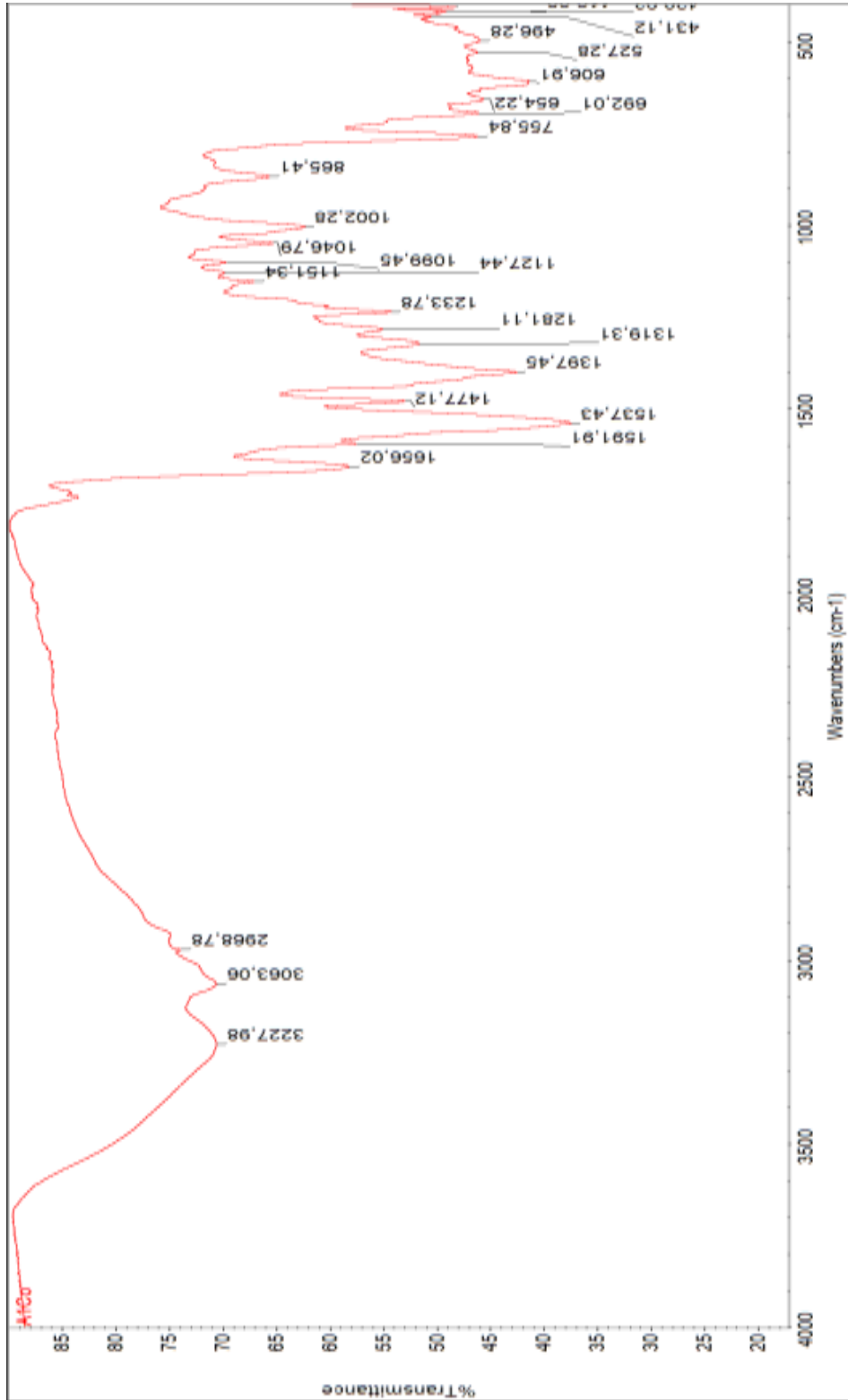
Şekil Ek.A.2 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarbonil diklorür FTIR spektrumu.



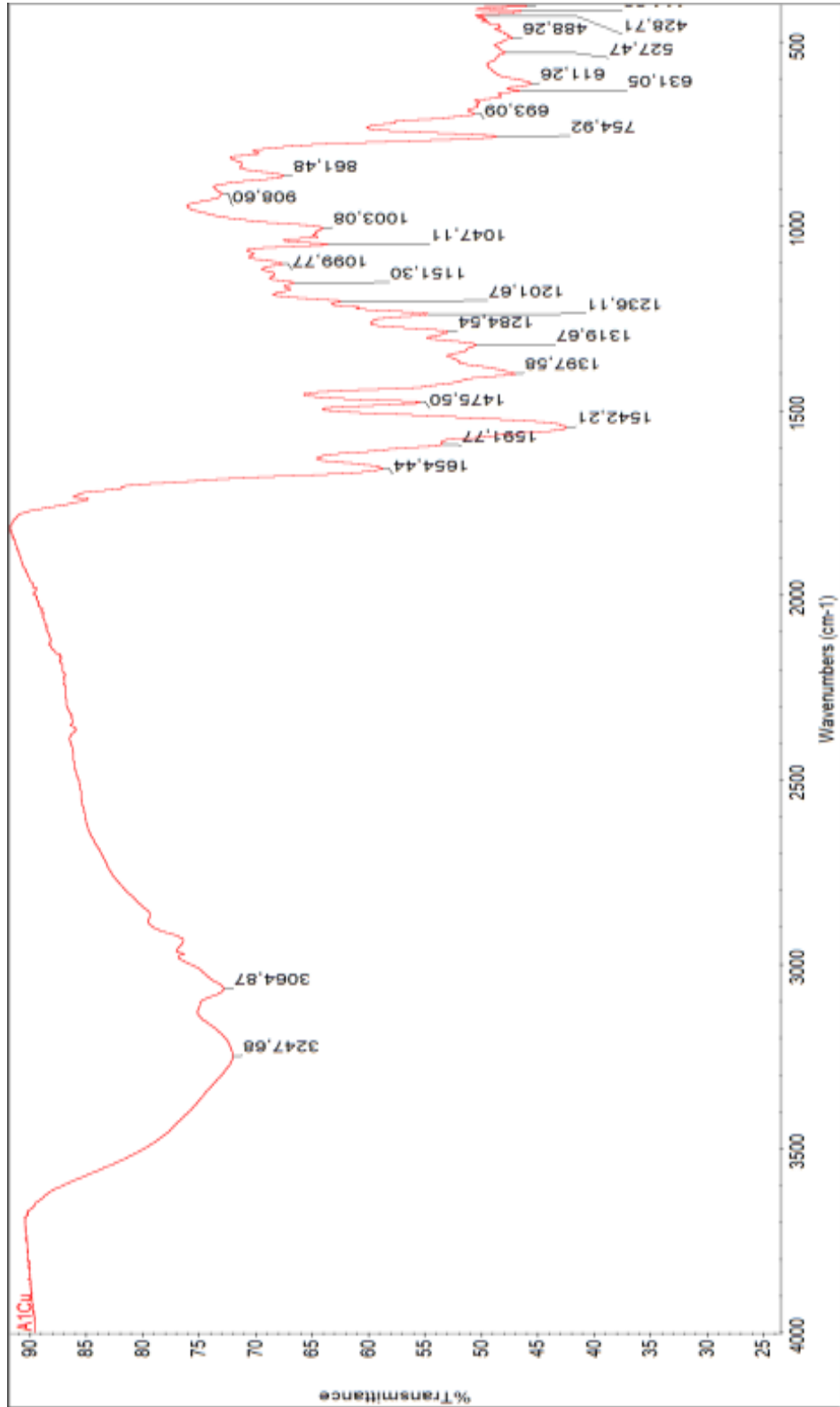
Şekil Ek.A.3 L¹ FTIR Spektrumu.



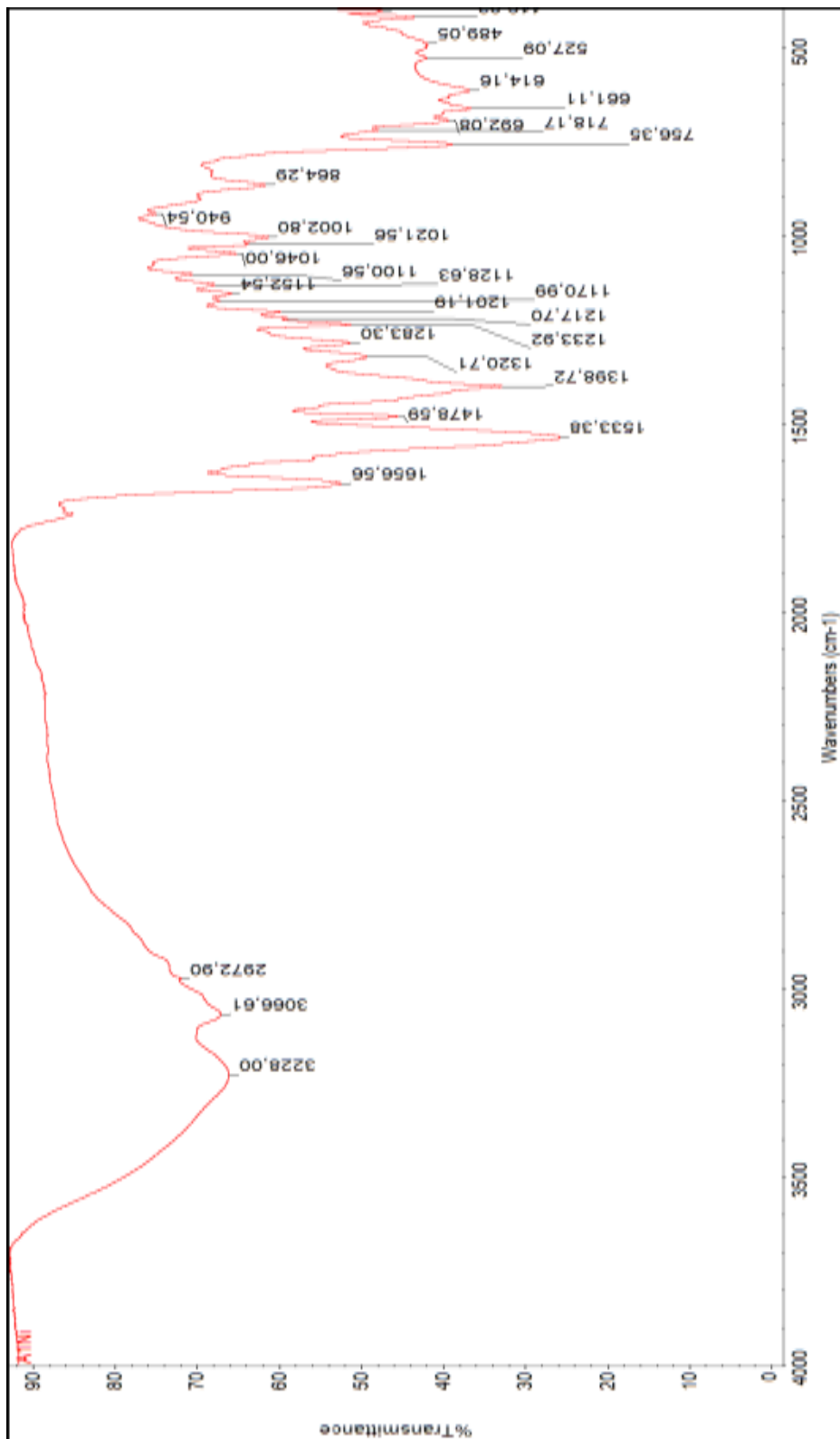
Şekil Ek.A.4 L² FTIR Spektrumu.



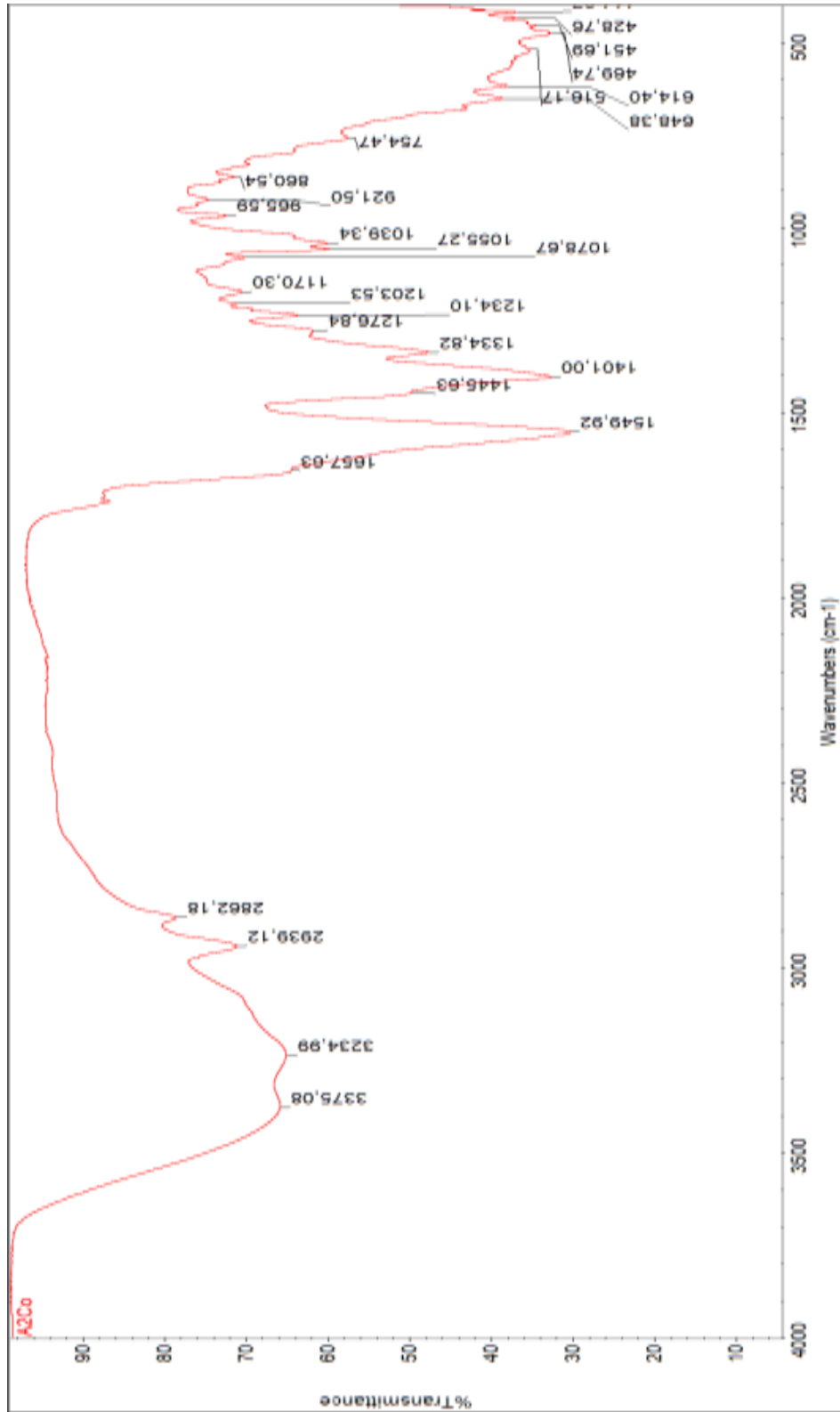
Şekil Ek.A.5 L¹- Co(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.



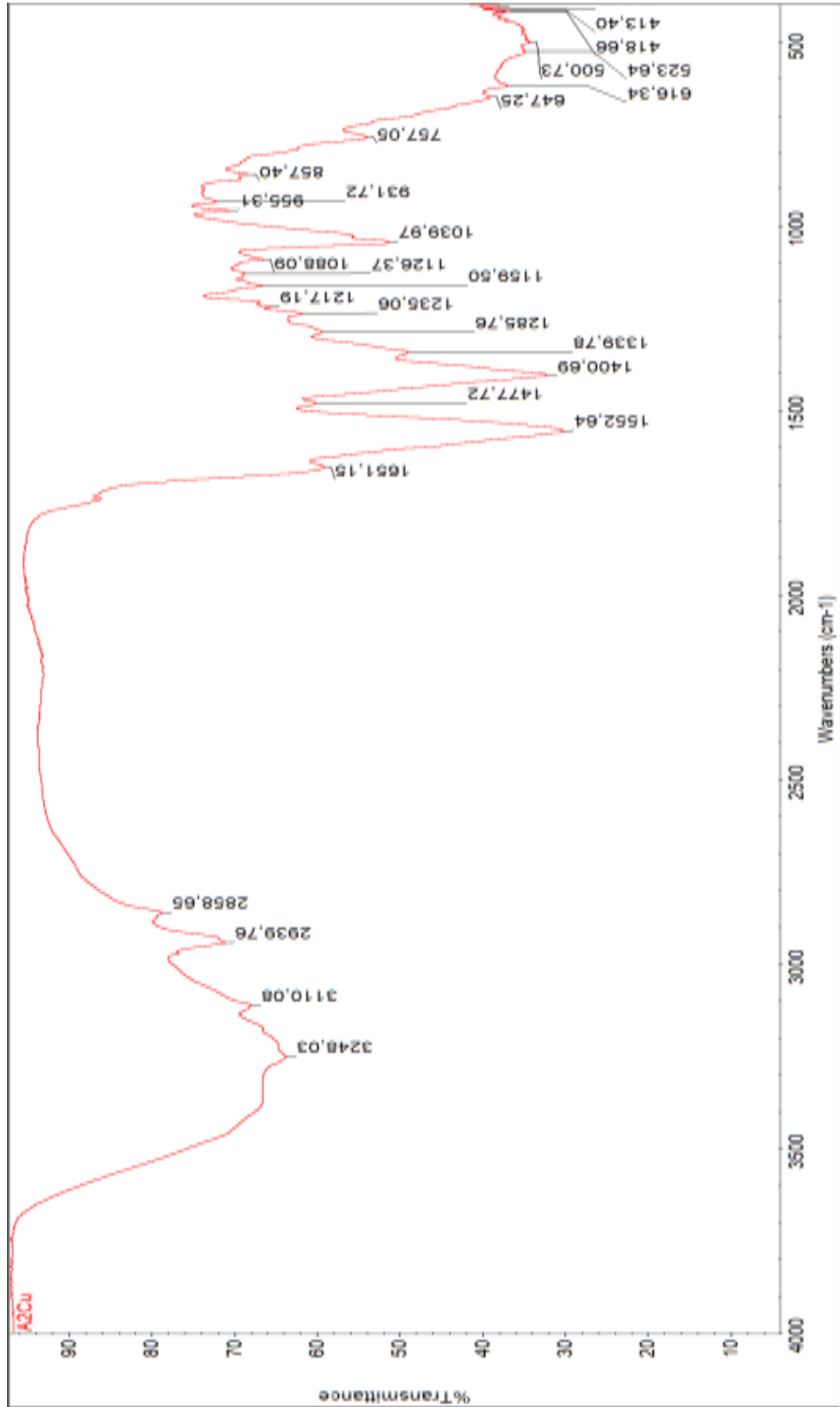
Şekil Ek.A.6 L¹ - Cu(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.



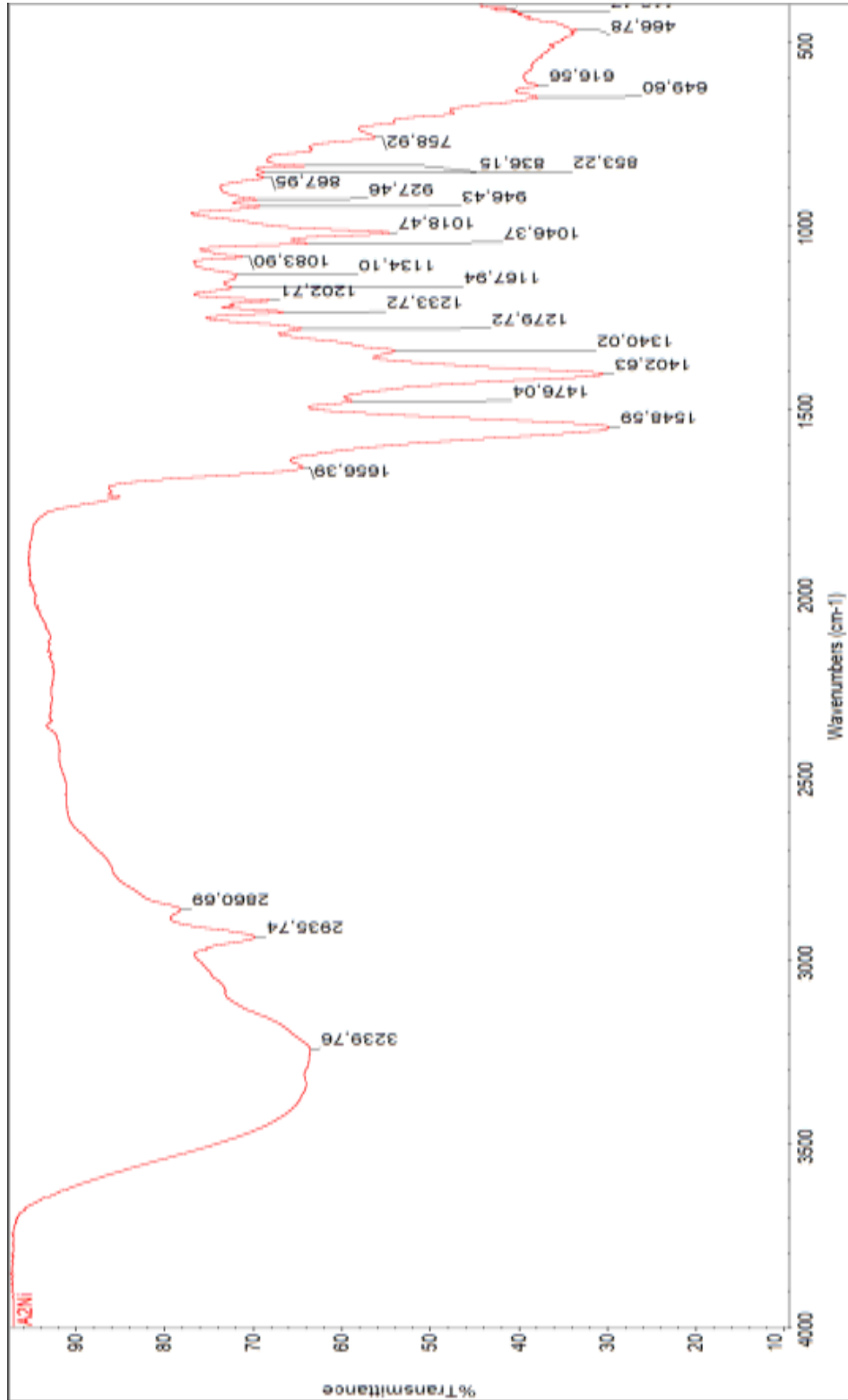
Şekil Ek.A.7 L¹ - Ni(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.



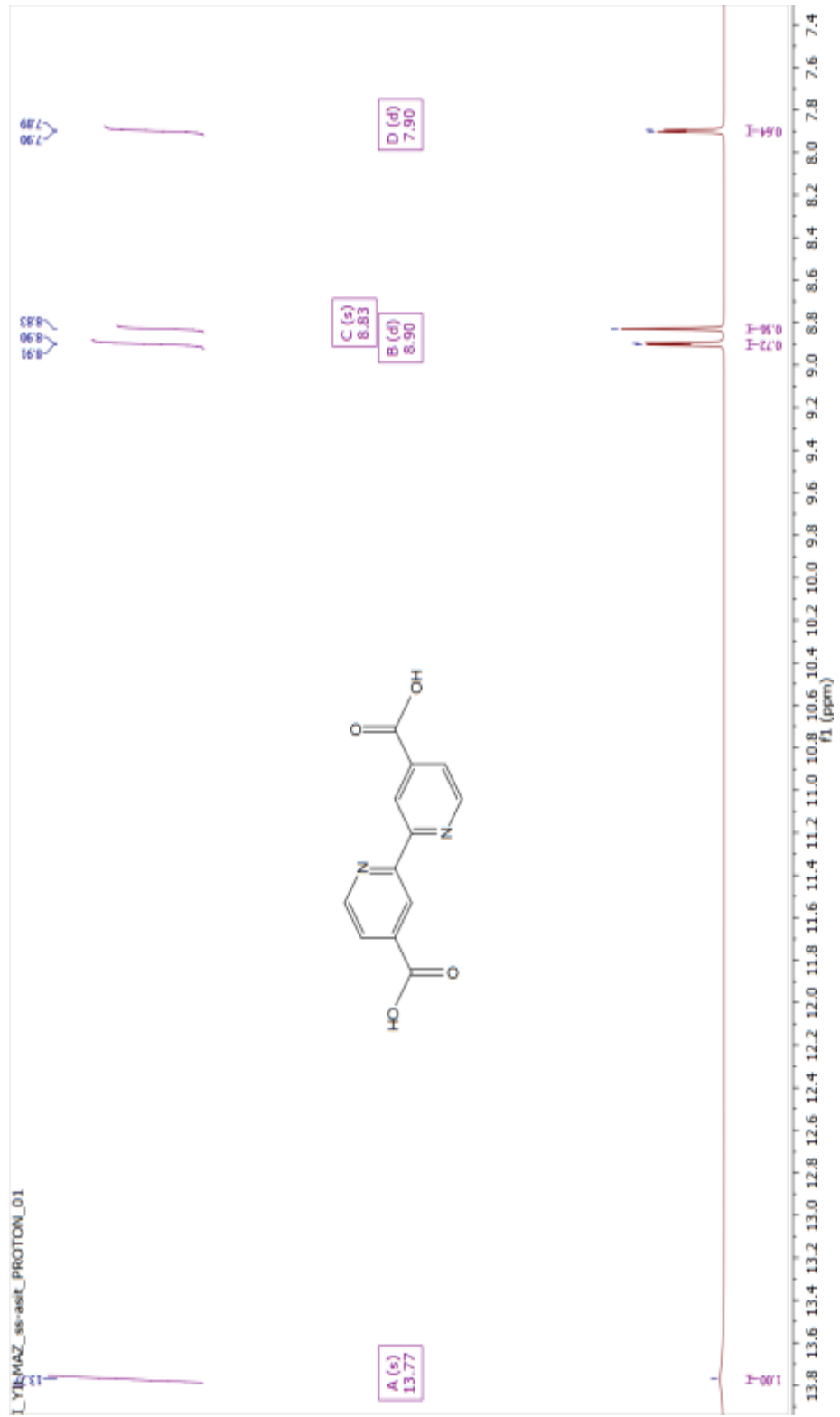
Şekil Ek.A.8 L² - Co(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.



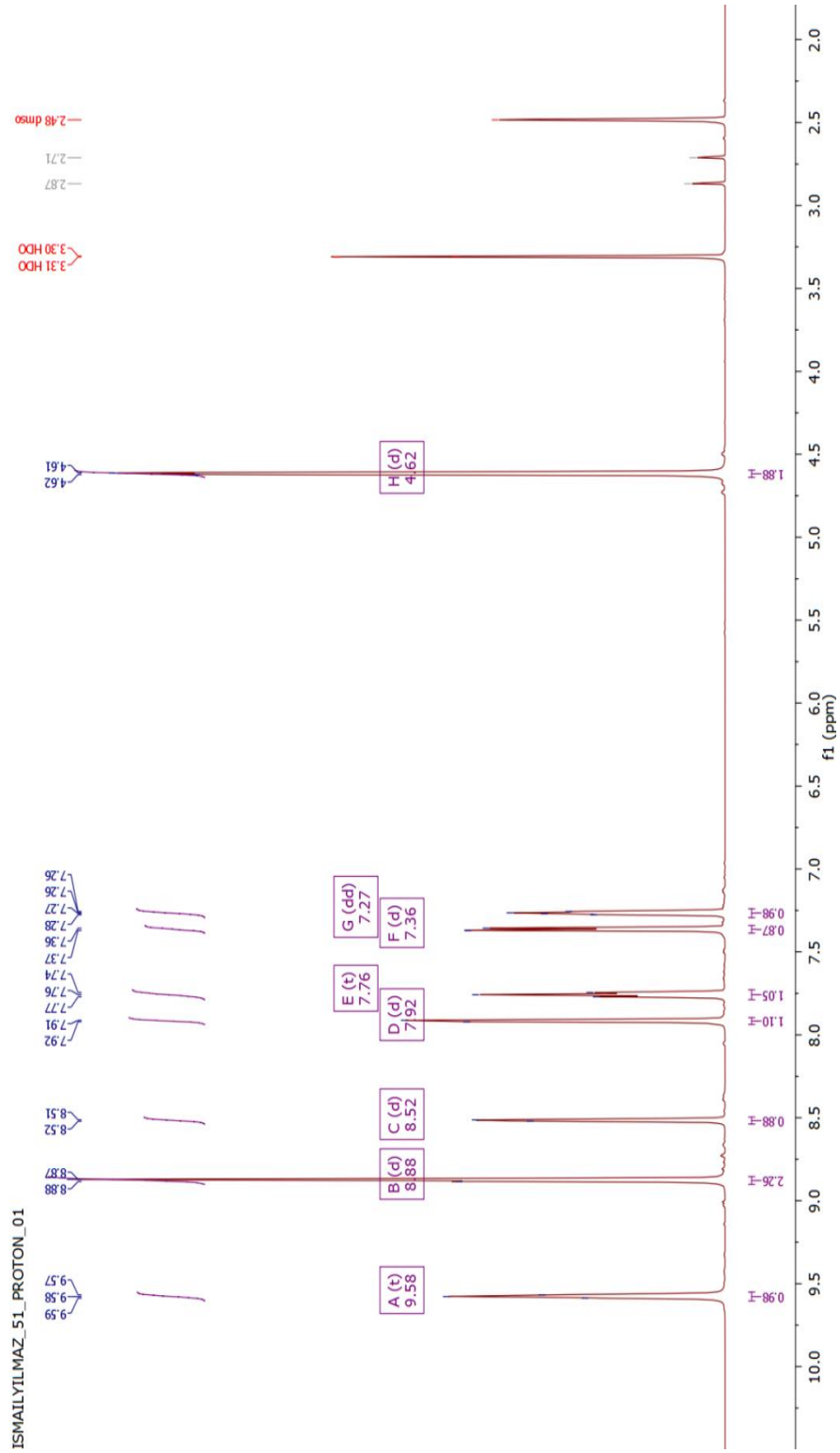
Şekil Ek.A.9 L²- Cu(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.



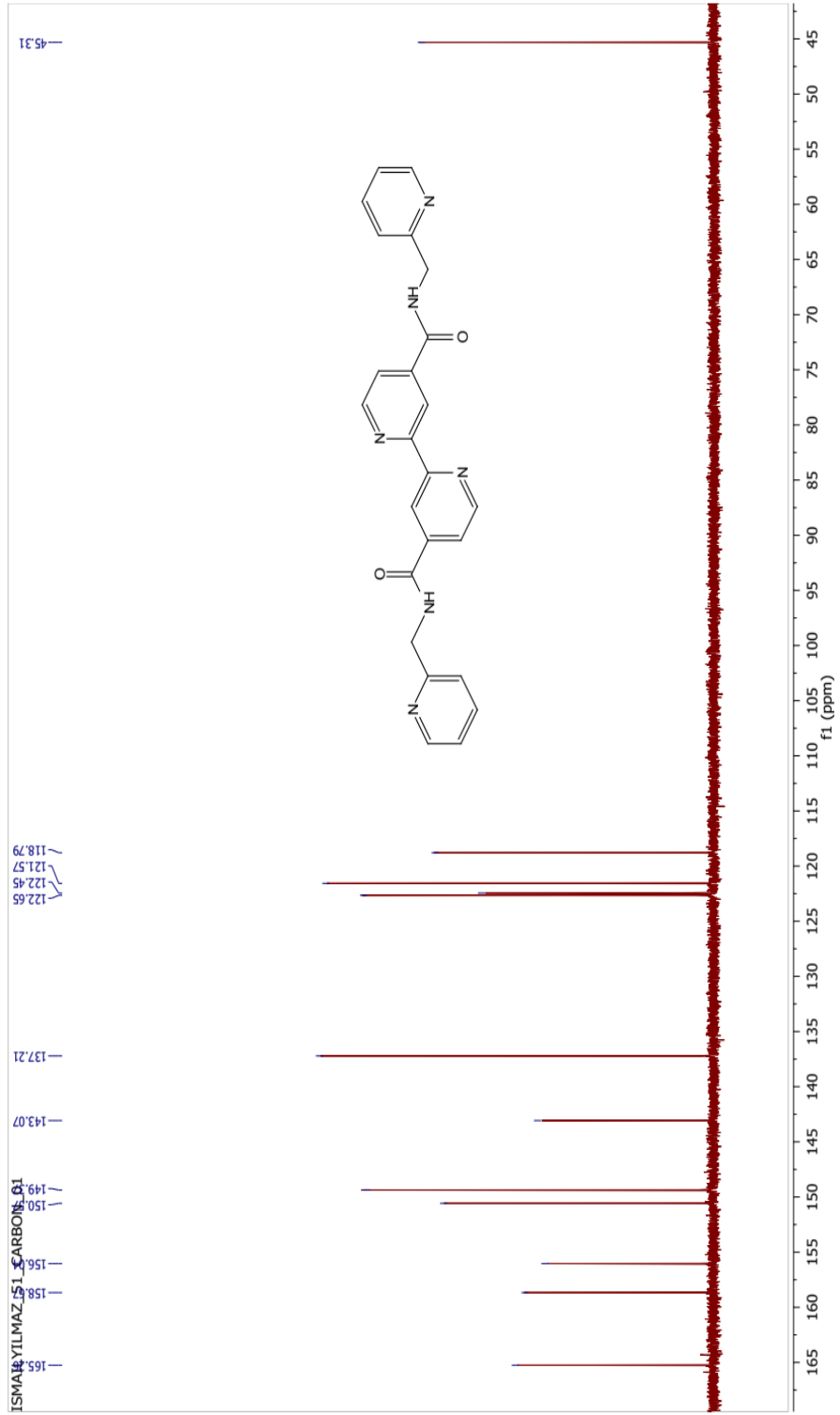
Şekil Ek.A.10 L²- Ni(II) Kompleksi FTIR Spektrumu.



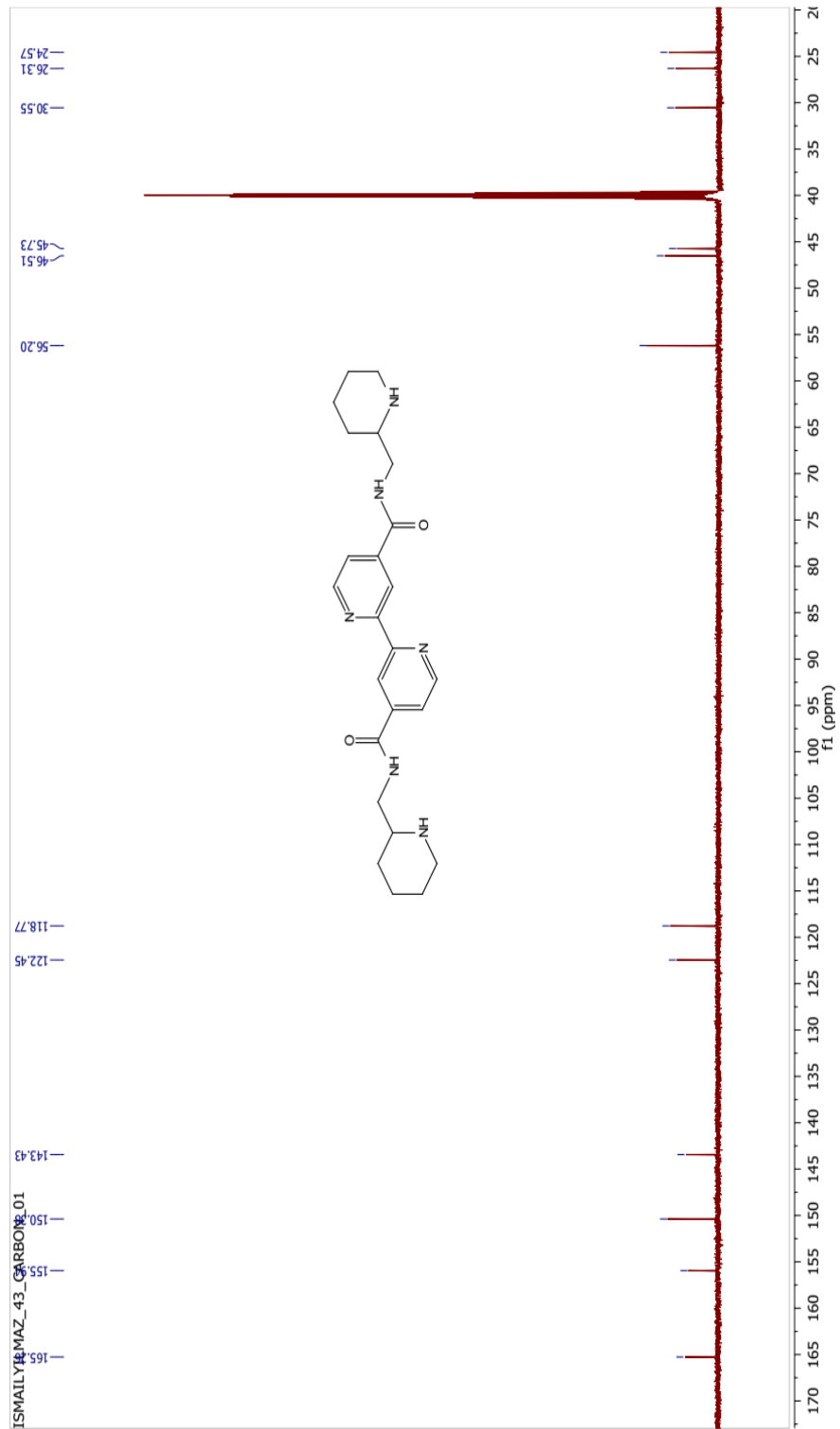
Şekil Ek.A.11 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit ^1H -NMR spektrumu



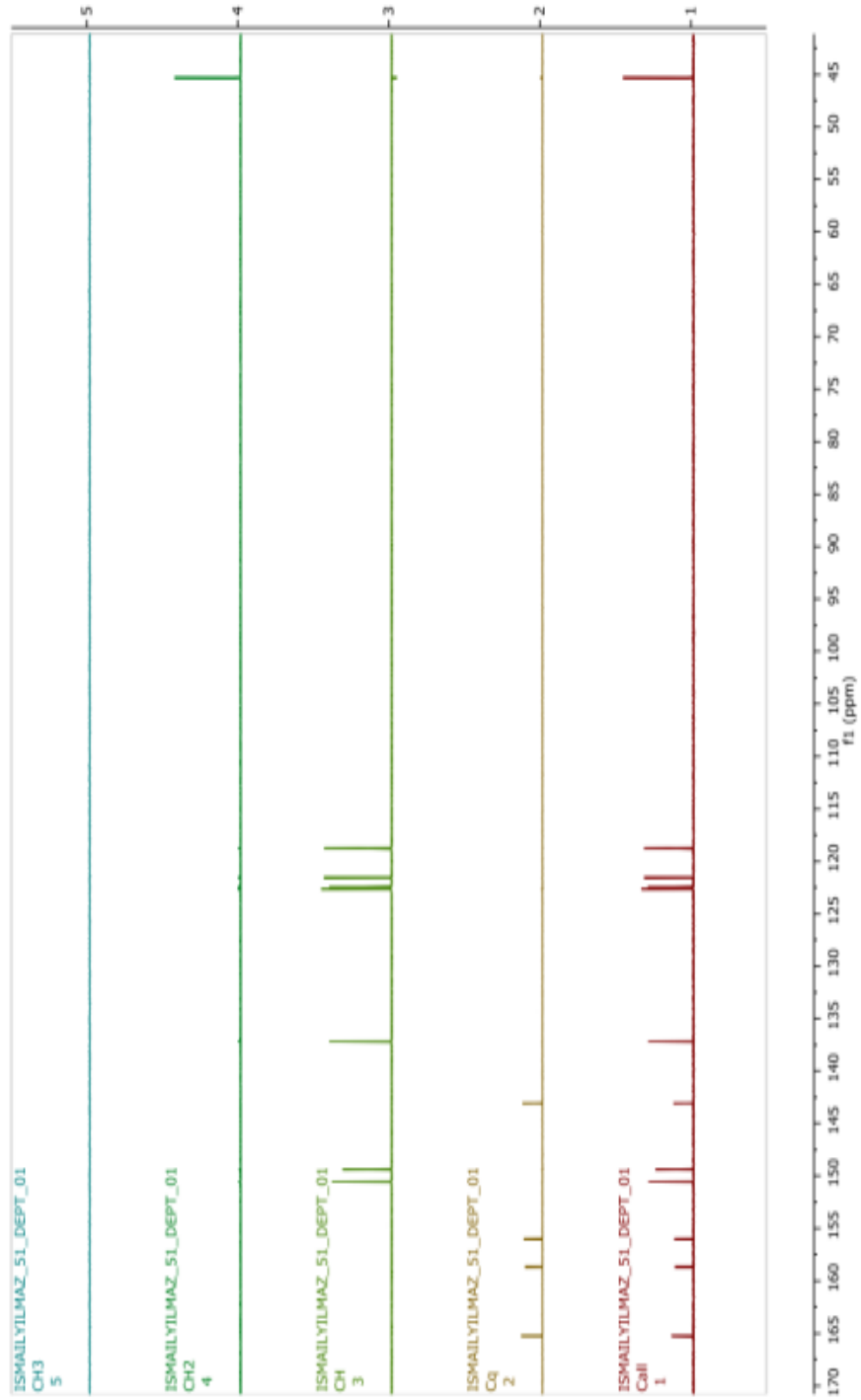
Şekil Ek.A.12 L1 ligantının ^1H -NMR spektrumu.



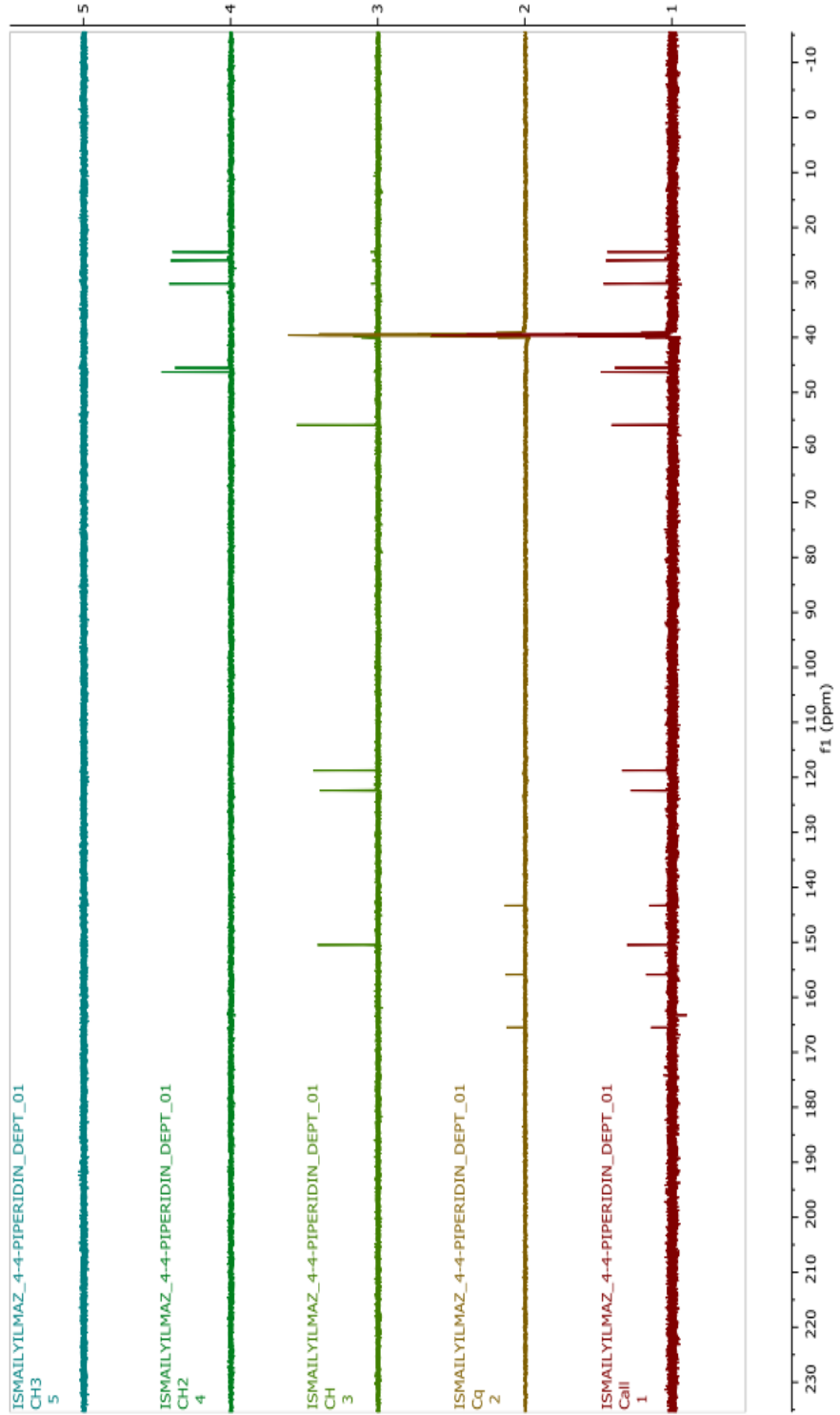
Şekil Ek.A.14 L^1 ligantının ^{13}C -NMR spektrumu.



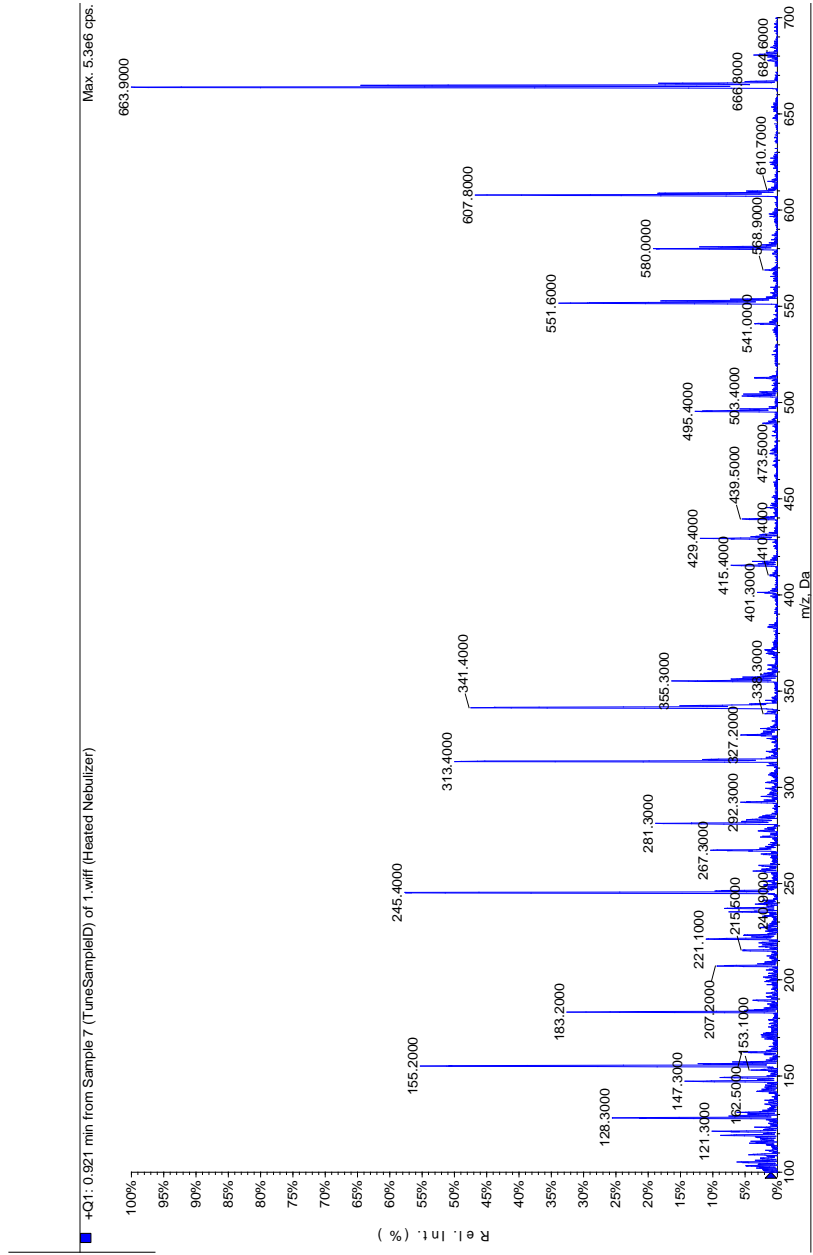
Şekil Ek.A.15 L2 ligantının ¹³C-NMR spektrumu



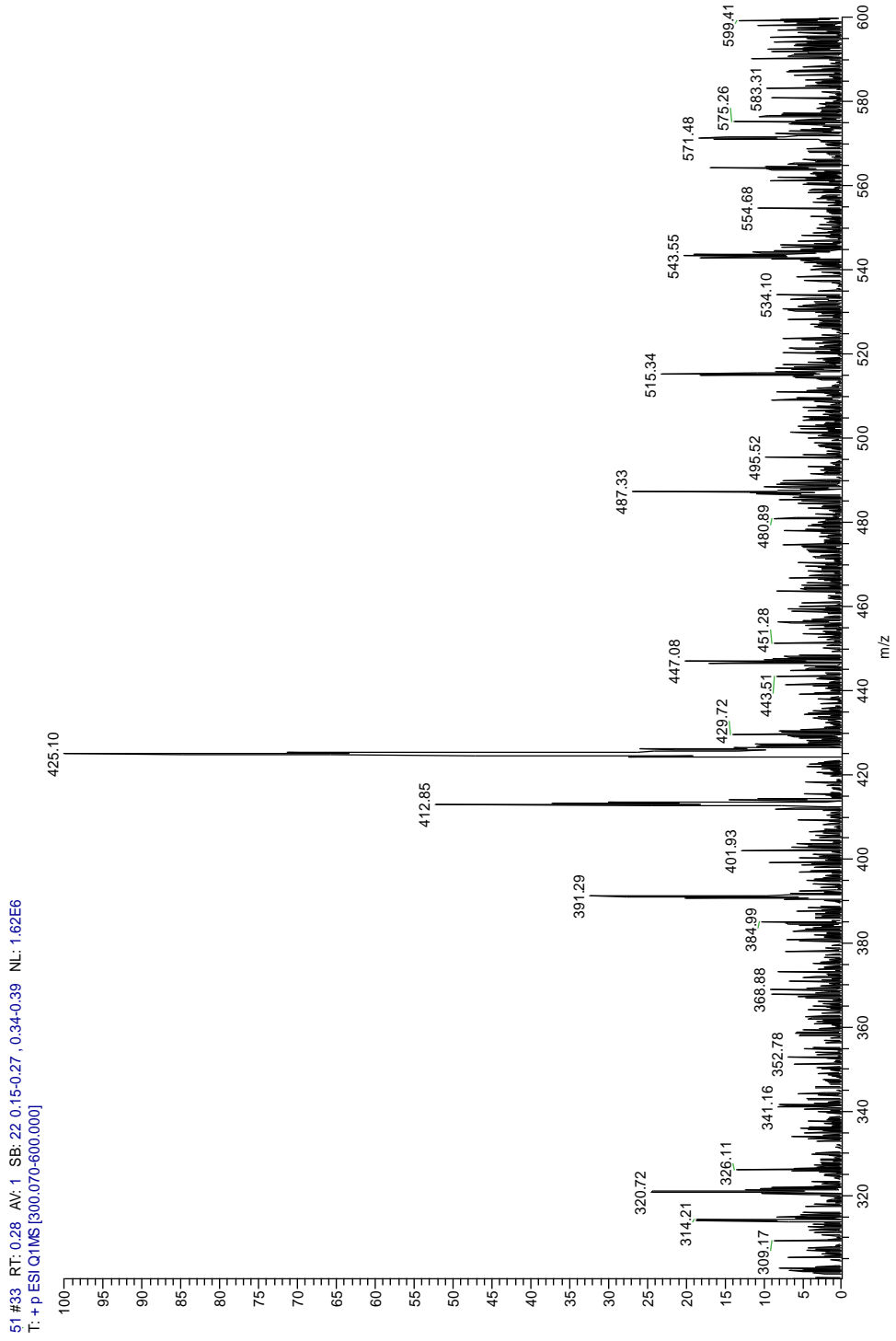
Şekil Ek.A.16 L^1 ligantının ^{13}C -NMR DEPT spektrumu.



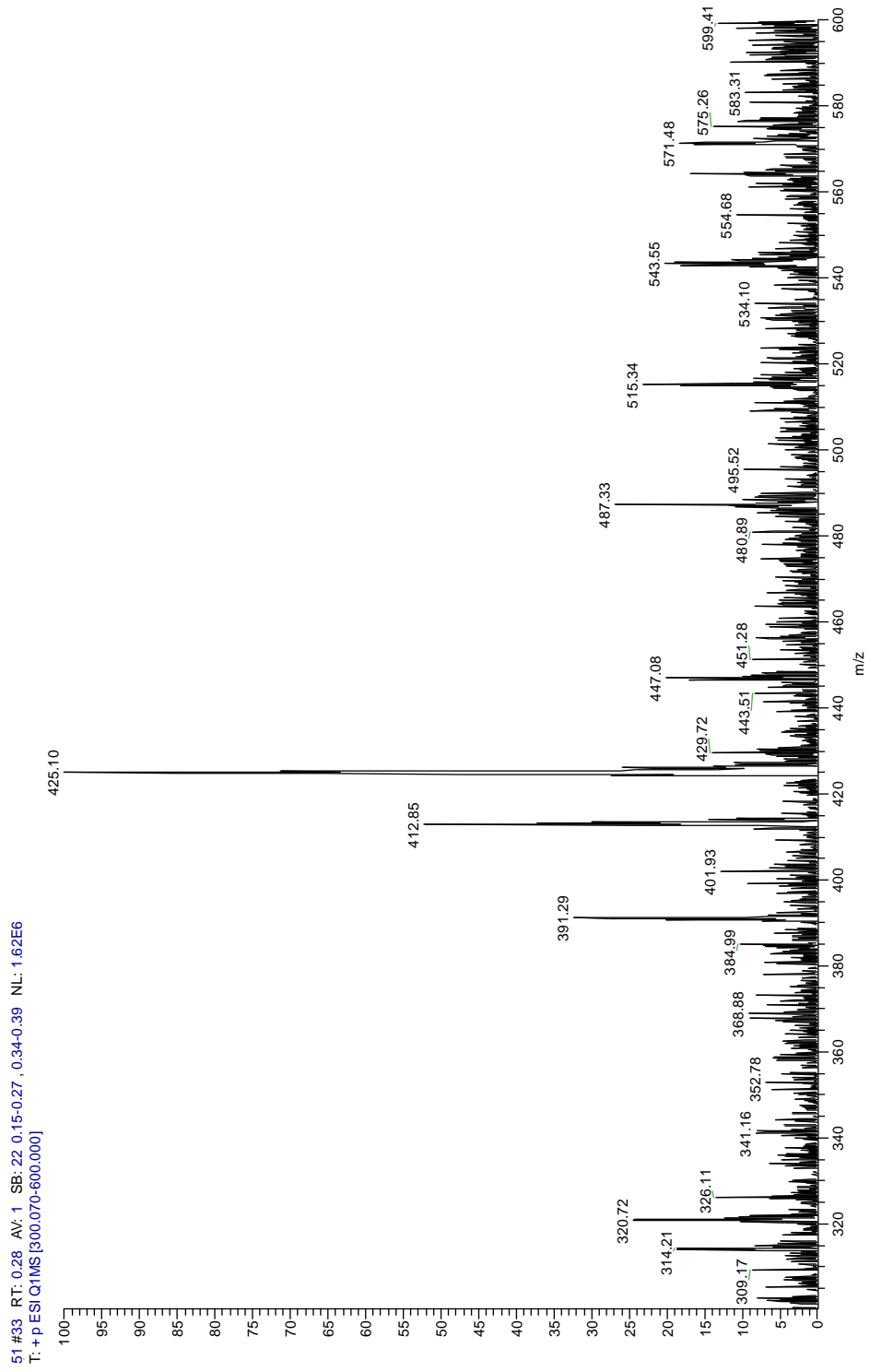
Şekil Ek.A.17 L² ligantının ¹³C-NMR DEPT spektrumu.



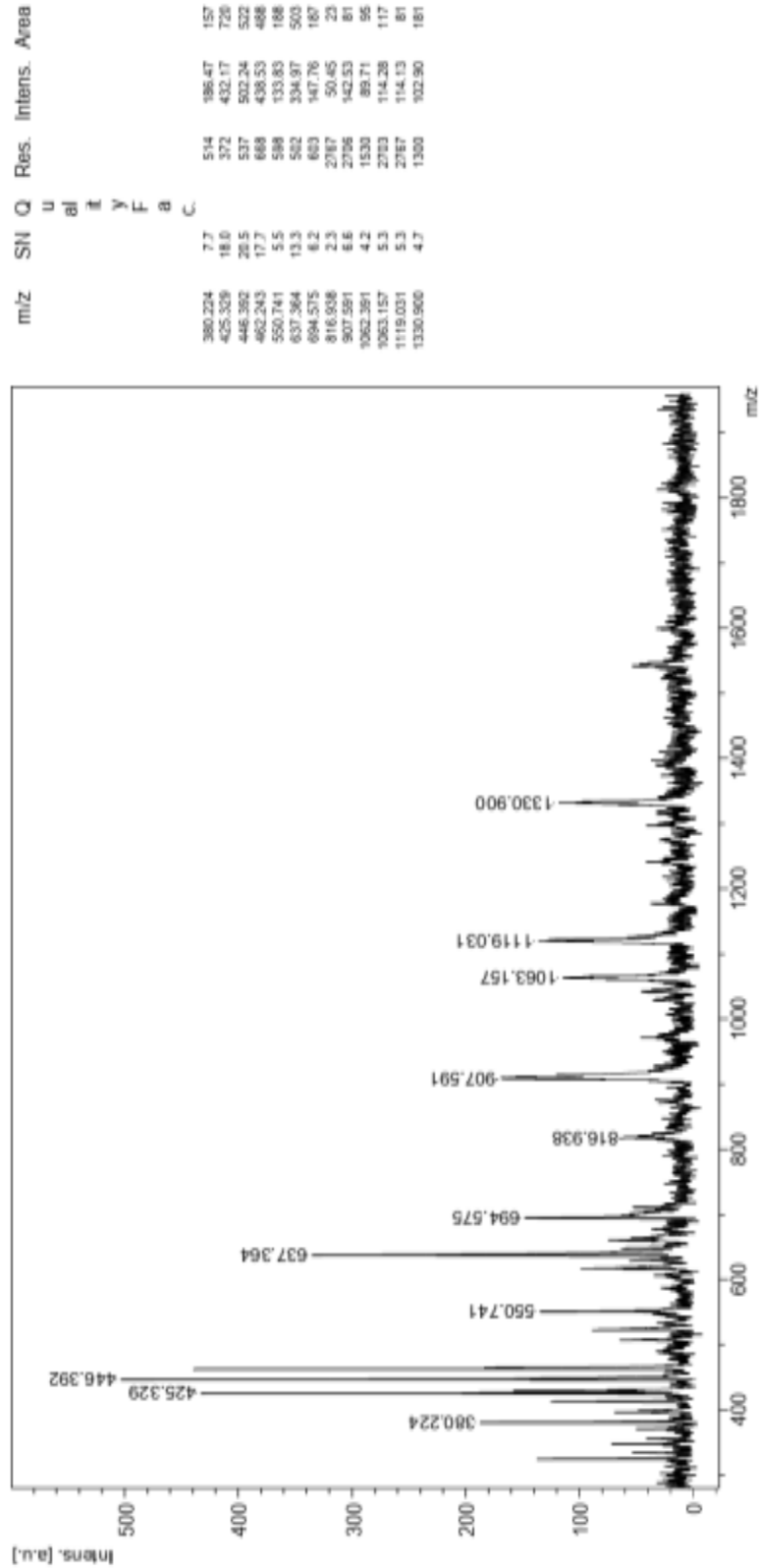
Şekil Ek.A.18 2,2'-bipiridin-4,4'-dikarboksilik asit kütle spektrumu



Şekil Ek.A.19 L¹ kütle (ESI) Spektrumu.



Şekil Ek.A.20 L² kütle (ESI) spektrumu.



Date of Acquisition 2020-10-06T15:58:17.000

File Name D:\Data\cosu\A1-Co_DHB\0_A511

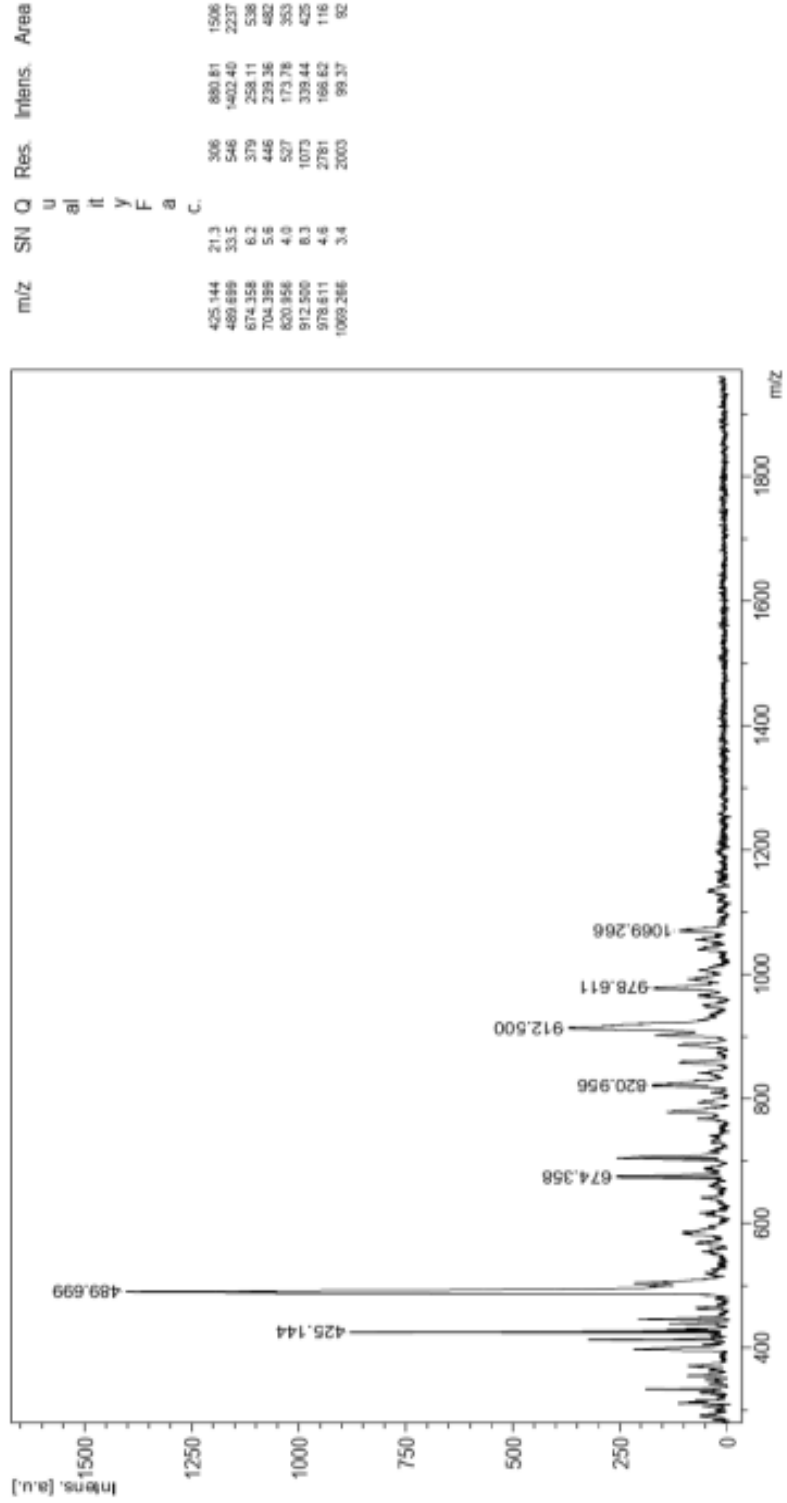
Viewed by

Date / Sign

Performed by

Date / Sign

Şekil Ek.A.21 L1- Co(II) kütle (MALDI-TOF) spektrumu



Date of Acquisition 2020-10-06T15:44:56.000

Performed by

Viewed by

File Name D:\data\ecosut\A1-Cu_DHB\0_B10\1

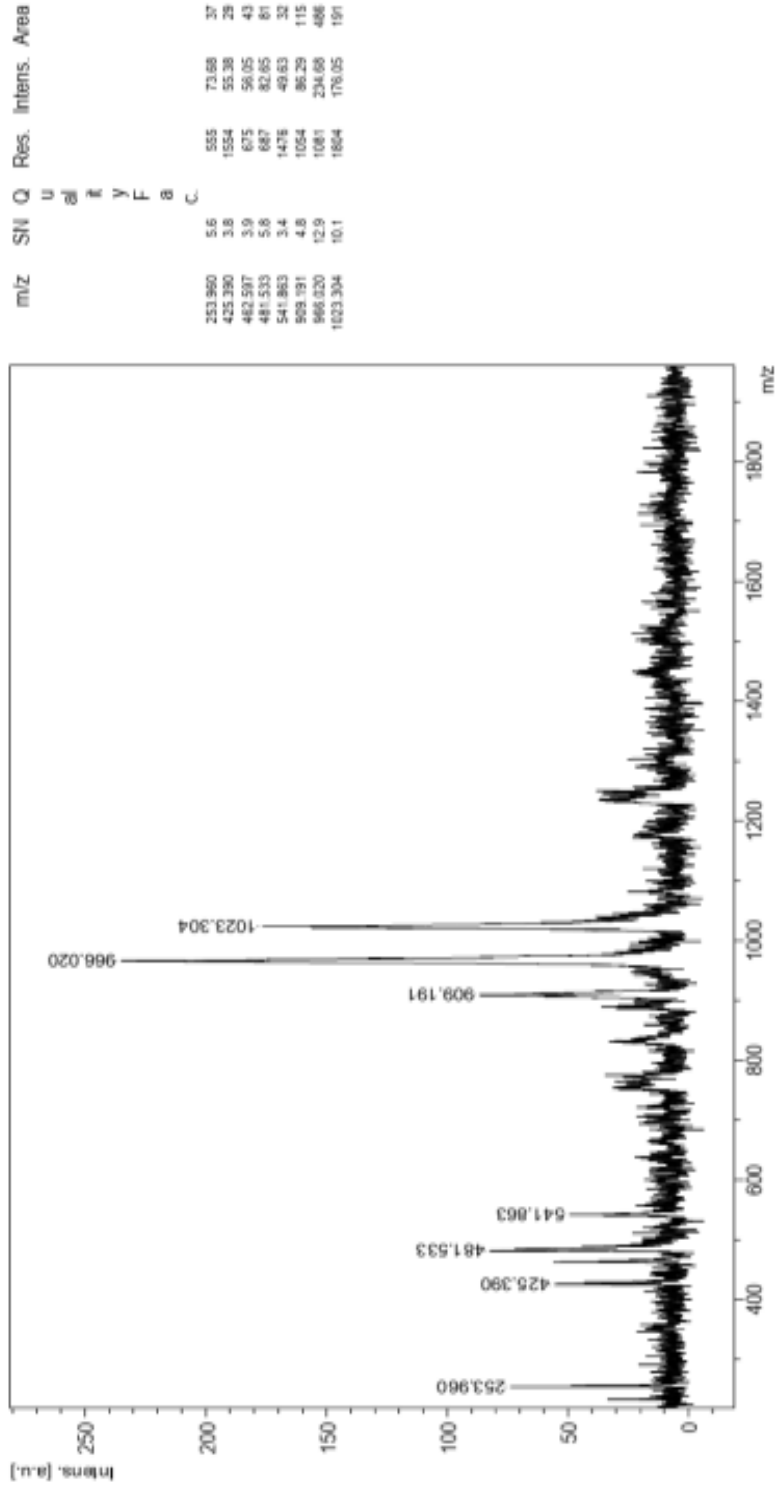
Date / Sign



printed:10/6/2020 3:45:22 PM

Şekil Ek.A.22 L¹- Cu(II) kütle (MALDI-TOF) spektrumu.

A1-Ni_CHCA



Date of Acquisition 2020-10-06T15:10:19.000



Performed by _____
Date / Sign _____

Viewed by _____
Date / Sign _____

File Name D:\Data\cosy\A1-Ni_CHCA\0_G1111

printed: 10/6/2020 3:10:43 PM

Şekil Ek.A.23 L¹– Ni(II) kütle (MALDI-TOF) spektrumu.

A2-Co_CHCA



Date of Acquisition 2020-10-06T15:55:08.000

File Name D:\data\bicosut\A2-Co_CHCA\0_E811

Performed by _____
Date / Sign _____

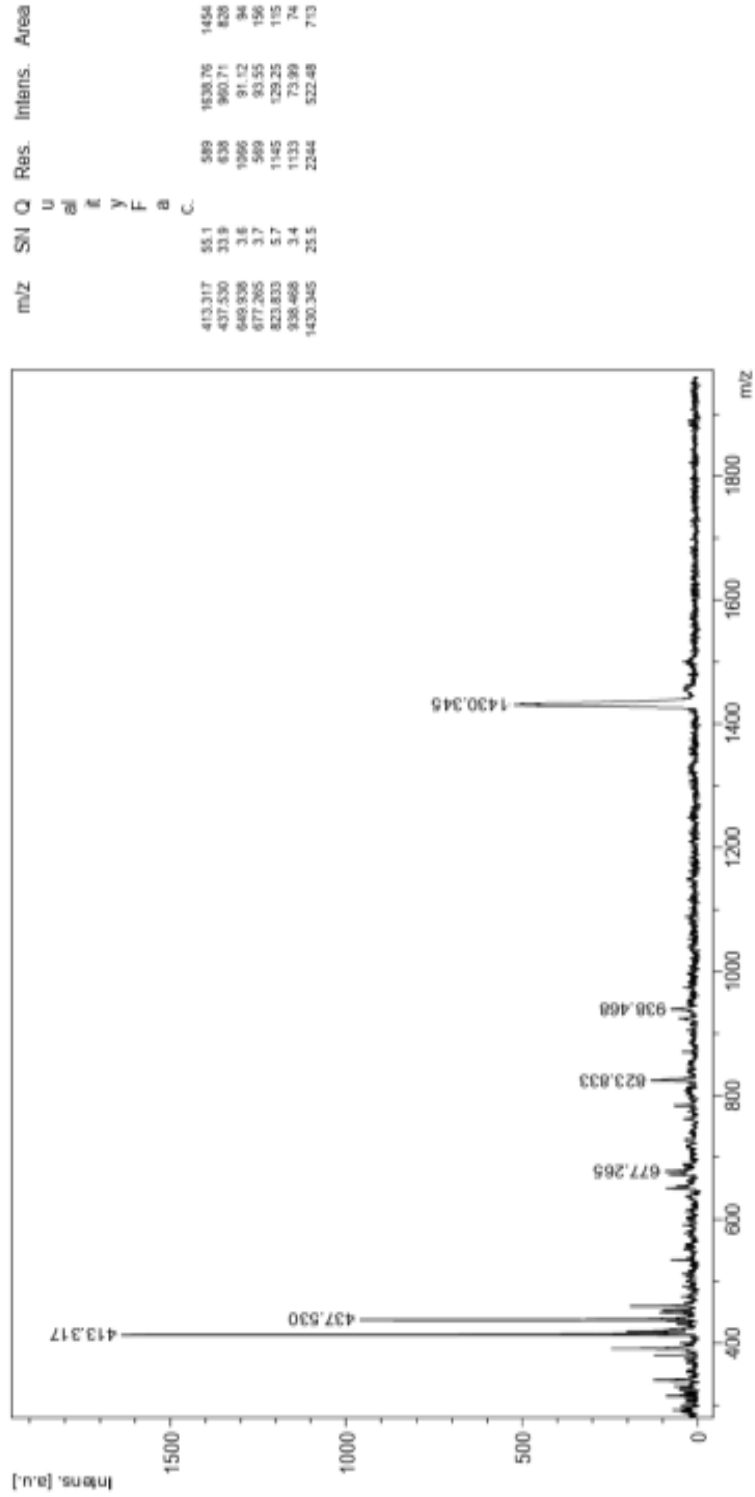
Viewed by _____
Date / Sign _____



printed: 10/6/2020 3:55:44 PM

Şekil Ek.A.24 L²- Co(II) kütle (MALDI-TOF) spektrumu.

A2-Cu_CHCA



Date of Acquisition 2020-10-06T15:48:42.000

Performed by _____
Date / Sign _____

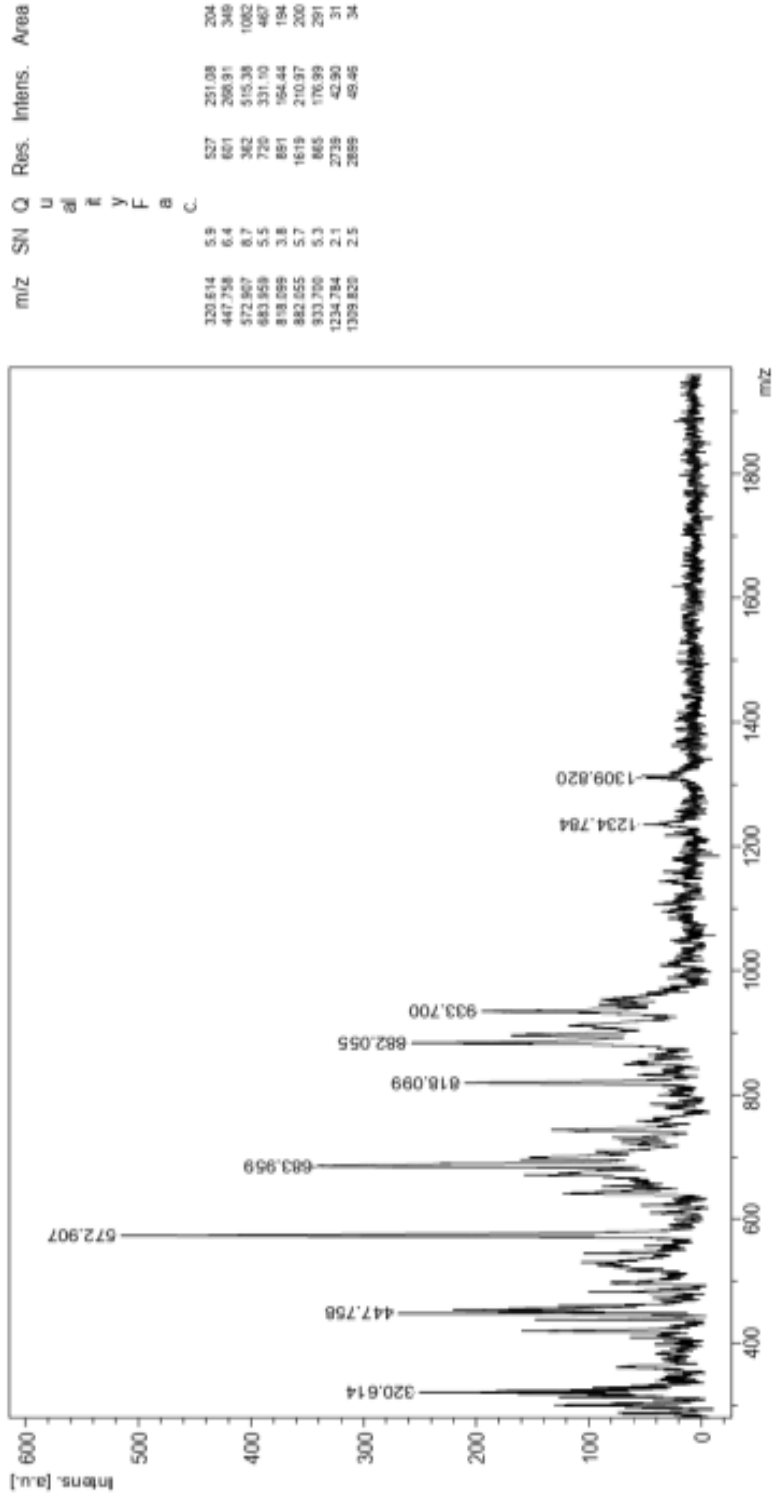


File Name D:\Data\icosut\A2-Cu_CHCA\0_A10\1

printed:10/6/2020 3:49:12 PM

Şekil Ek.A.25 L²- Cu(II) kütle (MALDI-TOF) spektrumu.

A2-Ni_CHCA



Date of Acquisition 2020-10-06T16:08:46.000

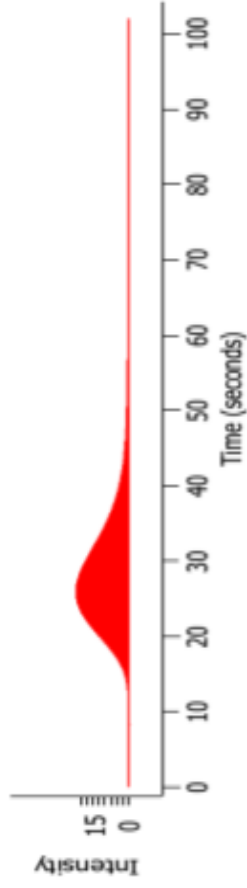
File Name D:\Data\bcosut\A2-Ni_CHCA\0_E211

Performed by _____ Date / Sign _____

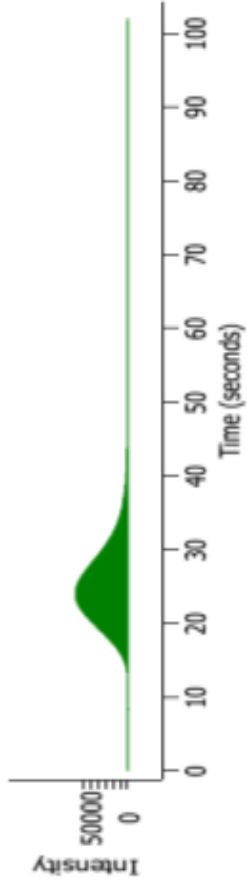
Viewed by _____ Date / Sign _____

Şekil Ek.A.26 L²- Ni(II) kütle (MALDI-TOF) spektrumu.

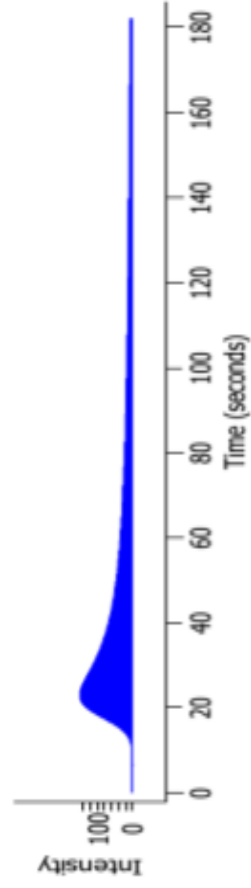
Nitrogen %
19.166



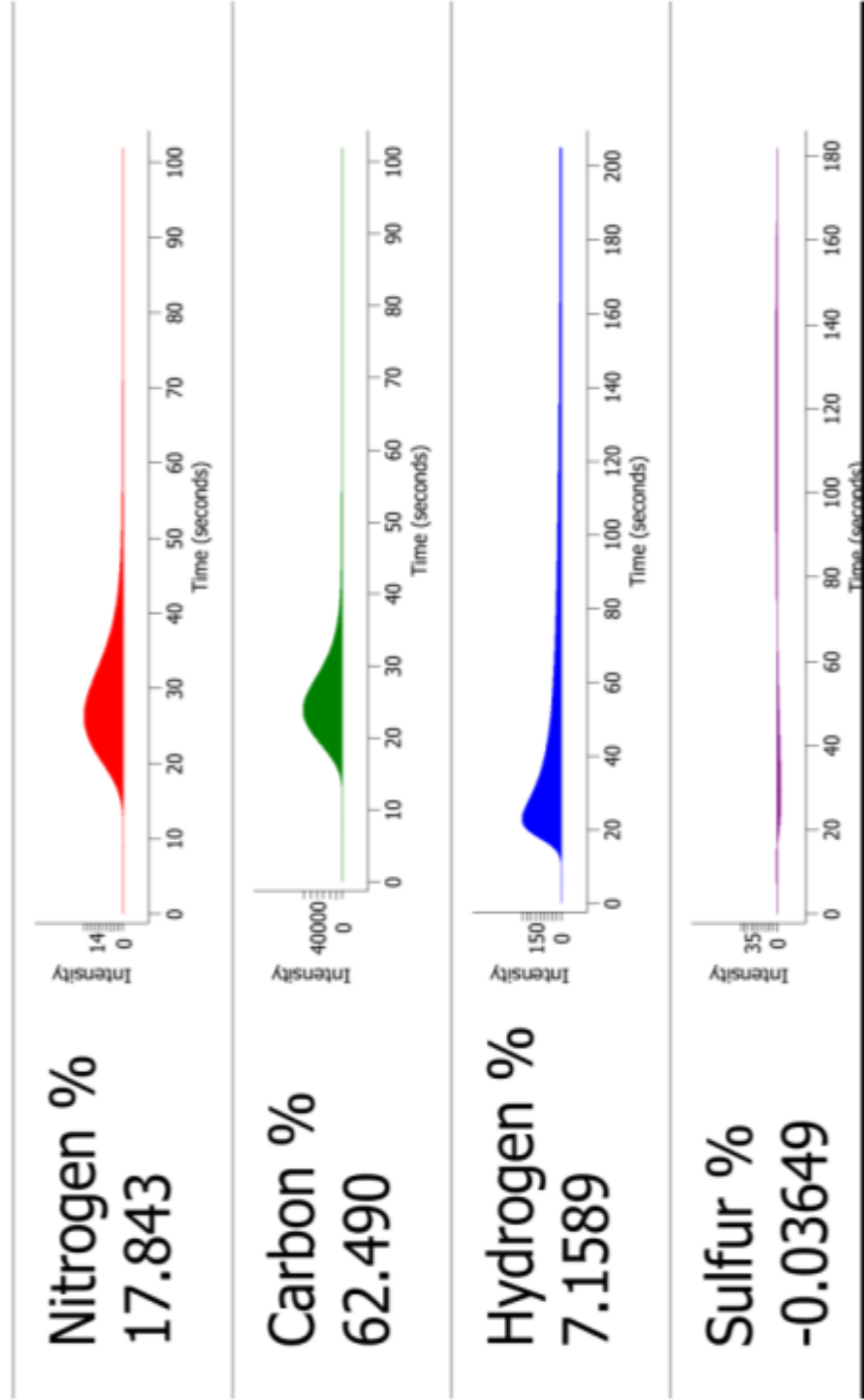
Carbon %
66.473



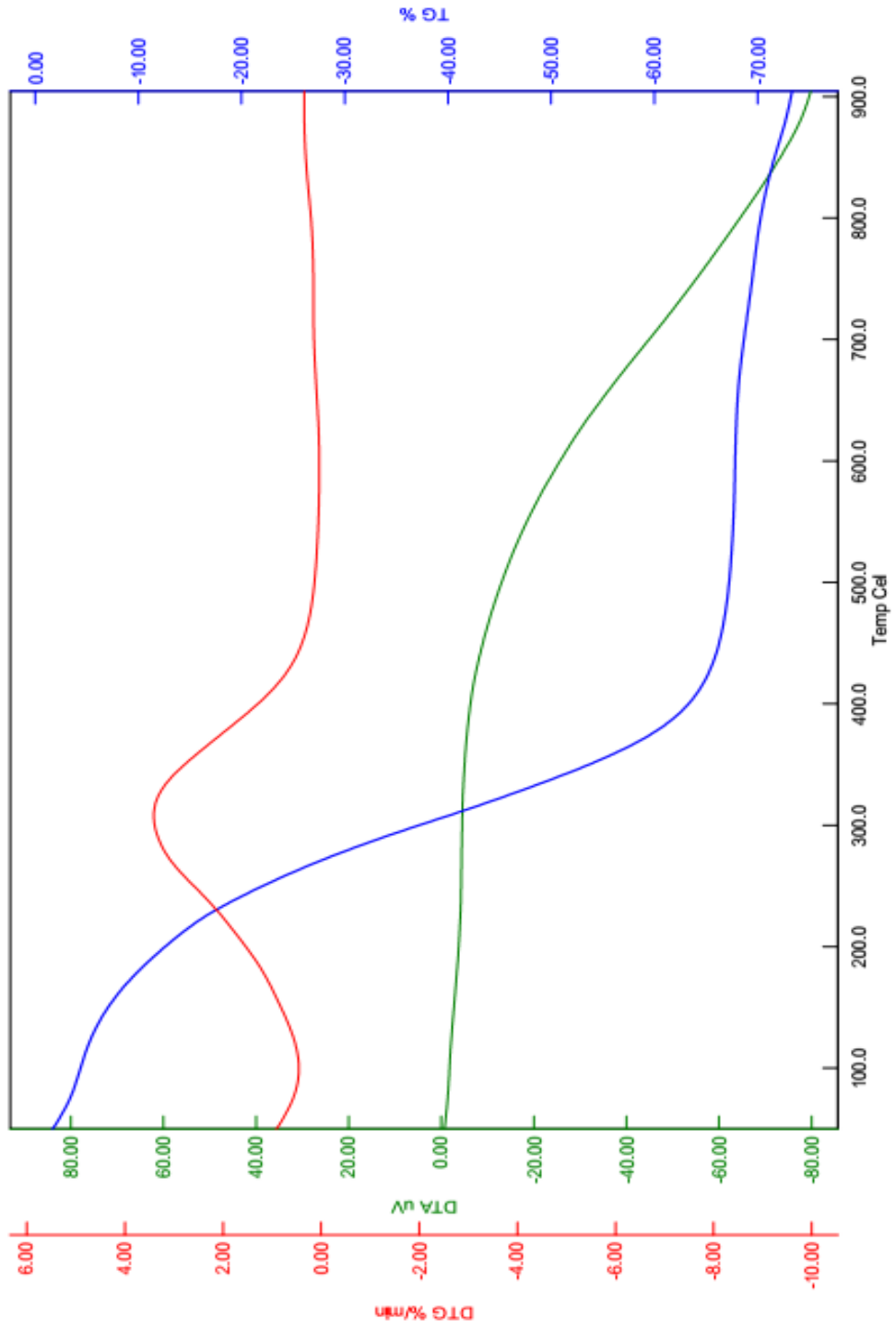
Hydrogen %
4.8079



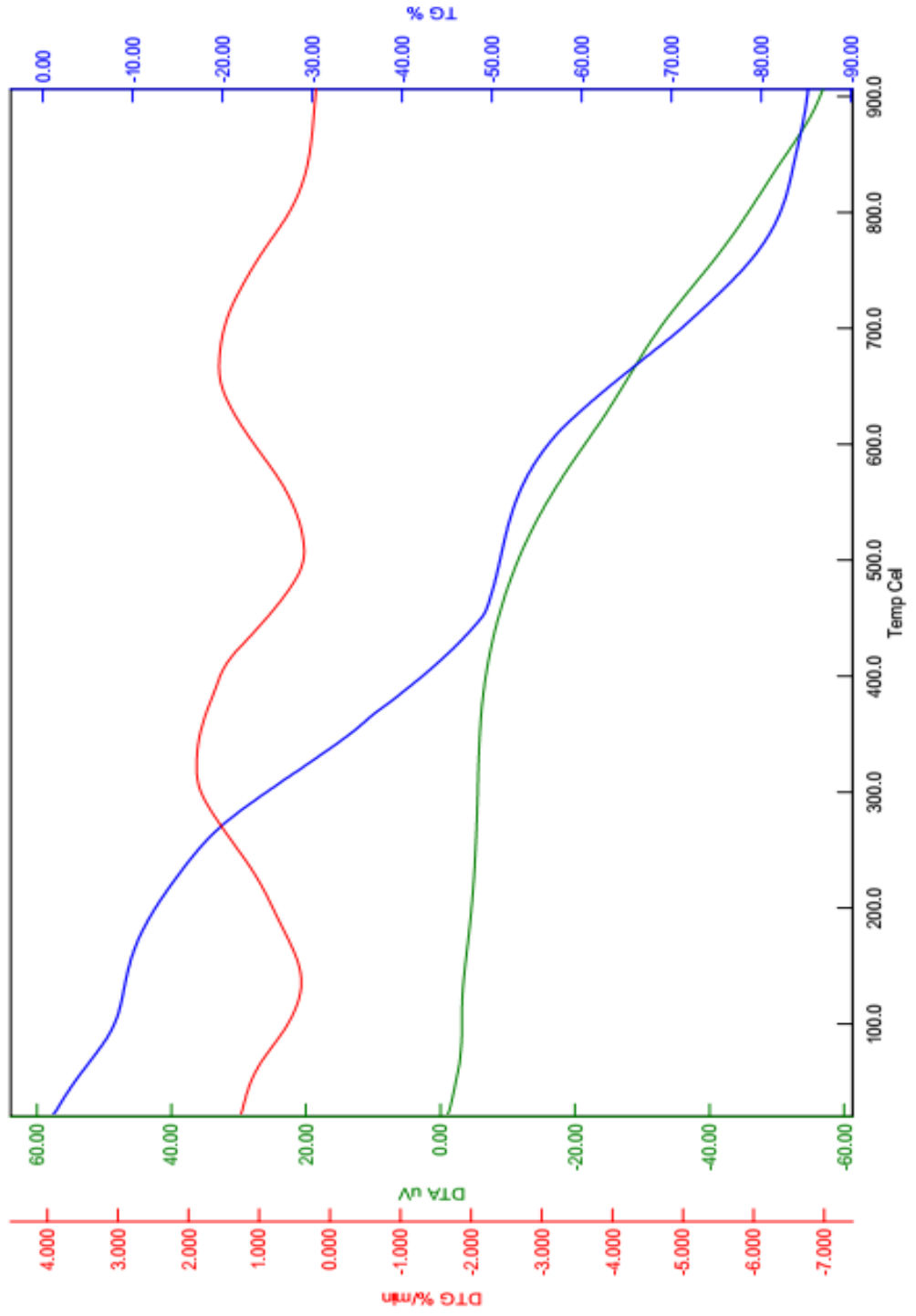
Şekil Ek.A.27 L¹ Elementel analizi.



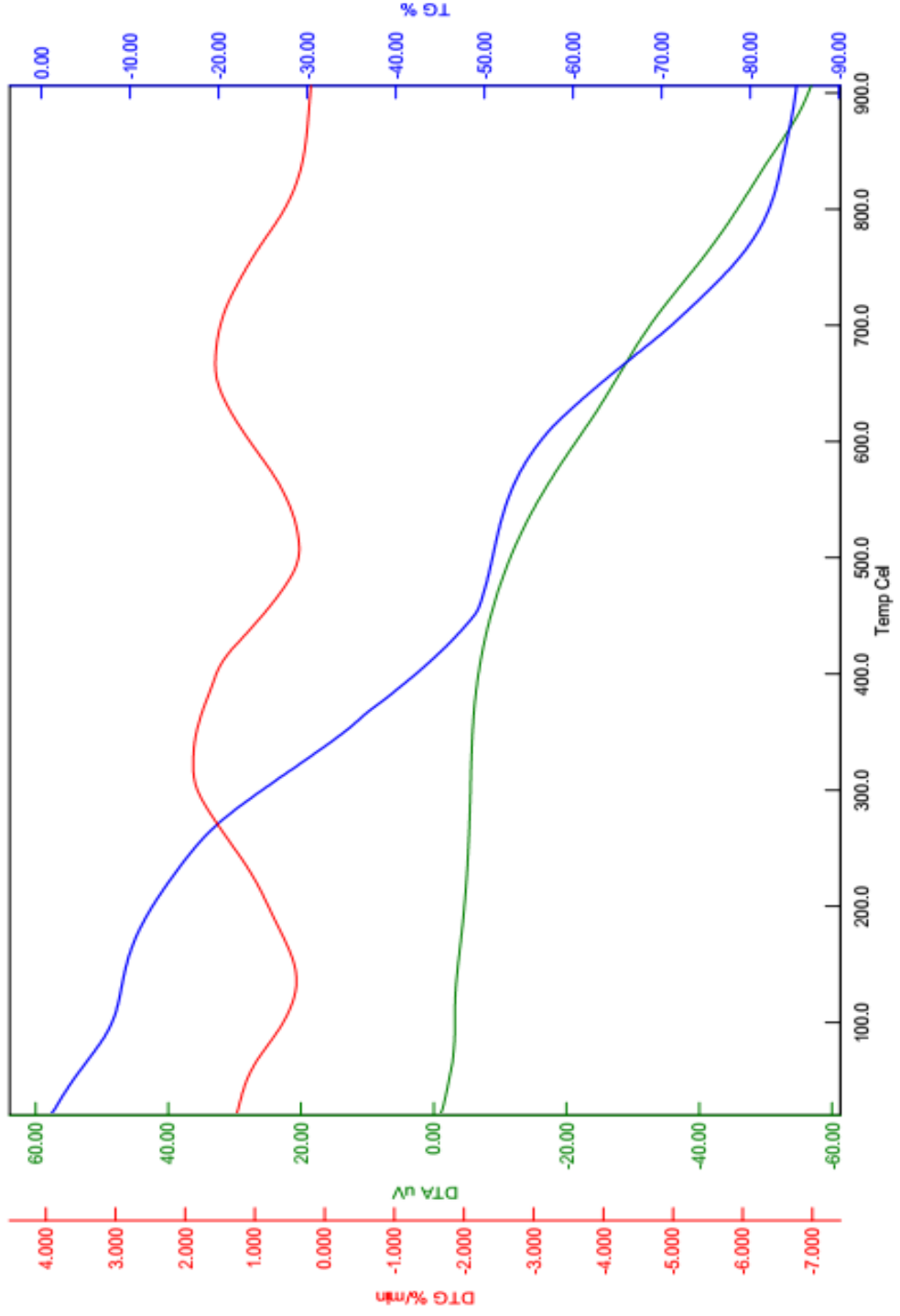
Şekil Ek.A.28 L² Elementel analizi.



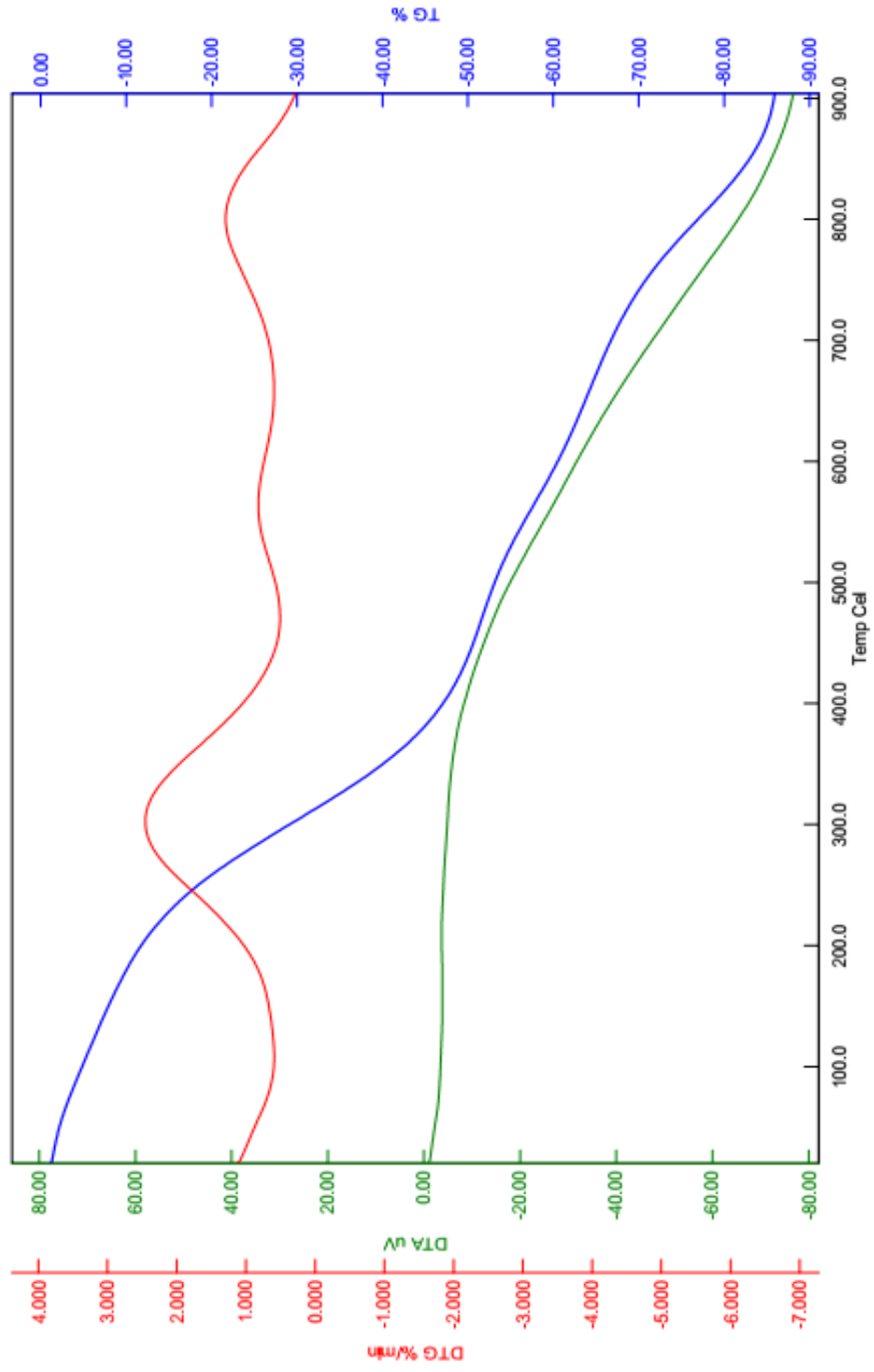
Şekil Ek.A.29 L¹- Co(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.



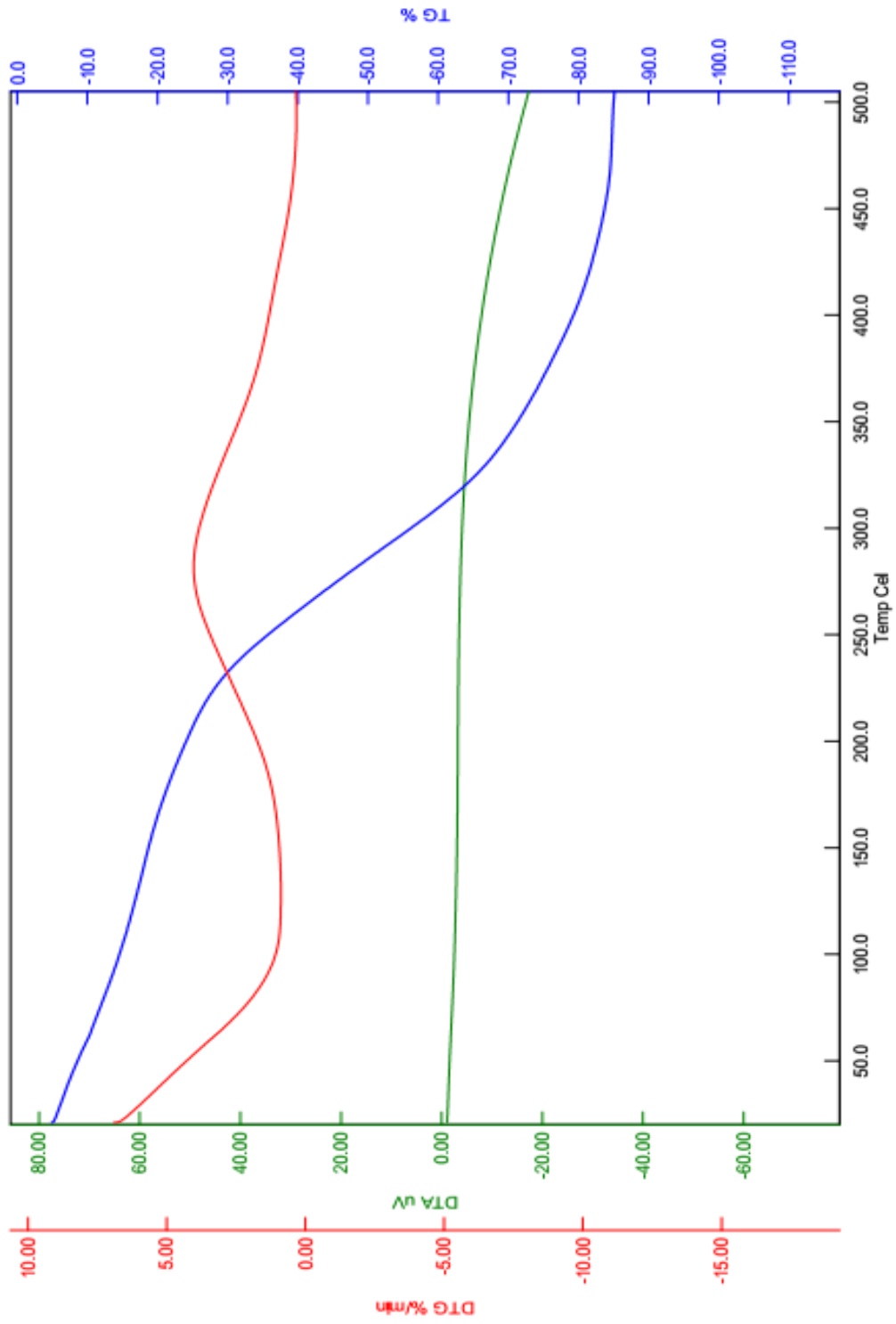
Şekil Ek.A.30 L¹- Cu(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.



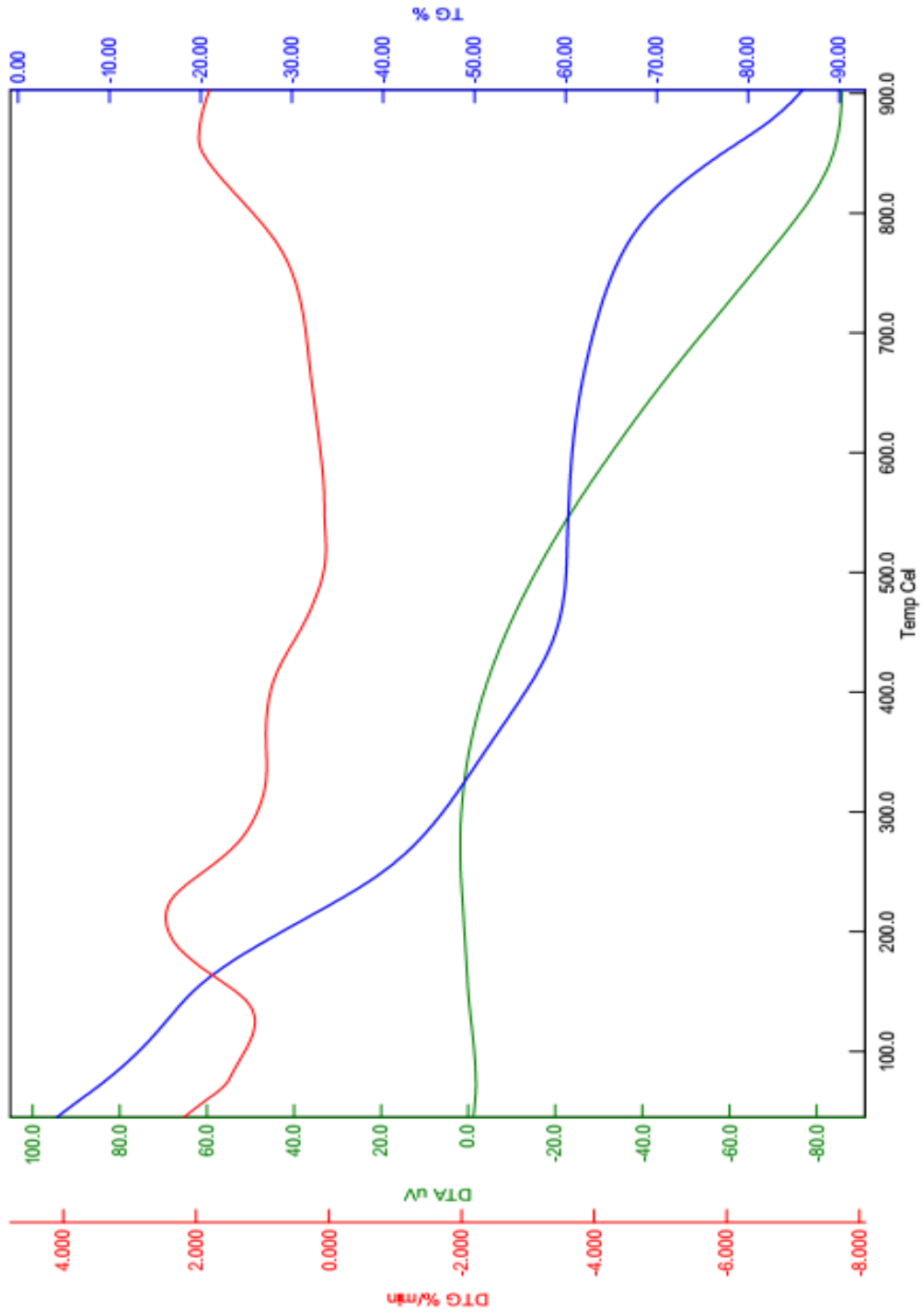
Şekil Ek.A.31 L¹ - Ni(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.



Şekil Ek.A.32 L²- Co(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.



Şekil Ek.A.33 L²- Cu(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.



Şekil Ek.A.34 L²- Ni(II) kompleksi TG-DTG-DTA spektrumu.

ÖZGEÇMİŞ

Hussein Abbas Khorsheed AL CHURAK, 1993 yılında Ninova'da doğdu. Orta öğrenimini Al Fajir Al Araby Erkek Lisesi'nde tamamladı. 2016 yılında Al Qadisiyah Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü'nden mezun oldu. 2019 yılında Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı'nda yüksek lisans öğrenimine başladı.

Adres : Telafer / Ninova / IRAK

Tel : 009647723814780

E-posta : ausseinabbas7@gmail.com